

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA

Facultad de Ingeniería Química



Lixiviación en una sola etapa y secado convectivo para la obtención de Achiote en Pasta

TRABAJO DE DIPLOMA PRESENTADO POR:

Marisol Mercedes Engelhardt Reynoza

PARA OPTAR AL TÍTULO DE:

Ingeniero Químico

TUTOR:

Rafael Gamero, Ph.D.

ASESOR:

Rodolfo Espinosa, LicEng.

Managua, Nicaragua

Septiembre, 2014

Dedicatoria

Dedico esta tesis a mis padres, que a pesar de la adversidad y la distancia me motivaron a terminar este capítulo.

Agradecimientos

“Hay una fuerza motriz más poderosa que el vapor, la electricidad y la energía atómica; la voluntad” A. Einstein.

Agradezco al Profesor Rafael Gamero por compartir sus conocimientos y guiarme en la investigación como en la elaboración del documento. Así también por el apoyo brindado durante el tiempo de realización de la tesis.

Como asesor al Profesor Rodolfo Espinosa por el apoyo brindado en la parte experimental y teórica de la lixiviación y compartir sus experiencias en este estudio.

A mis compañeros del laboratorio de Ingeniería de procesos Juan, Joseph y Kevin por su colaboración y aportes en el presente estudio.

A laboratorios QUIMVETSA por el apoyo brindado y compañeros de trabajo por animarme y motivarme constantemente en la finalización de mis estudios.

Opinión del Catedrático Guía

La monografía realizada por la Br. Marisol Engelhardt titulada “*Lixiviación en una sola Etapa y Secado Convectivo para la Obtención de Achiote en Pasta*” es un trabajo de gran valor que considera las condiciones técnicamente fundamentadas para el proceso de obtención de achiote como materia prima intermedia. El achiote es un producto natural con diversas aplicaciones, tales como colorantes naturales, productos farmacéuticos, cosméticos, y condimentos entre otras. En los procesos artesanales, el achiote simplemente se muele incluyendo la semilla, no obstante, el producto resultante es utilizado sólo como condimento. Por otra parte, los procesos dedicados a la obtención de colorantes consisten básicamente en procesos químicos de separación selectiva de componentes como la bixina y la norbixina.

El trabajo de la Br. Engelhardt presenta un estudio de la etapa de extracción sólido-líquido, tanto del equilibrio solvente-soluto, como de la cinética de extracción en un proceso discontinuo utilizando agua como solvente. Esta operación permite la separación de la semilla, y por lo tanto, el producto resultante es apto para ser procesado posteriormente para cualquiera de las aplicaciones posibles del achiote. Los datos experimentales obtenidos en el presente estudio son de mucha utilidad para el desarrollo de una consecuente etapa de diseño de un sistema de lixiviación a una determinada escala de producción. El estudio incluye además el análisis de la cinética del secado del producto concentrado después de su extracción. Tomando en consideración la consistencia del producto final, el comportamiento de la velocidad de secado revela importantes hallazgos. Esos datos de la cinética del secado son críticos para la realización de una posterior etapa de diseño de un secador acoplado al sistema de extracción mencionado anteriormente.

El trabajo de diploma desarrollado por la Br. Marisol Engelhardt contiene varios aspectos que le proporcionan un valor agregado importante como ensayo de ingeniería química por la aplicación de disciplinas como transferencia de masa y balance de materia en los cálculos basados en los fundamentos teóricos principales. Además, se incluye transferencia de calor, balance de energía y operaciones mecánicas en la configuración de las condiciones de operación en el trabajo experimental, así como la destreza de uso de diversos equipos experimentales. Además de ser la base para una siguiente etapa de escalamiento de la obtención de achiote como materia intermedia, el documento final de este estudio puede ser referencia para introducir experiencias locales a los contenidos de las disciplinas del curriculum de Ingeniería Química correspondientes.

Por lo antes expuesto, solicito al Honorable Tribunal Calificador, otorgar a la Br. Marisol Engelhardt el Título de Ingeniero Químico.

Rafael Gamero, Ph.D.

Tutor

Resumen

En la presente investigación se evaluó el procesamiento de la semilla de achiote a escala de laboratorio y se determinó el equilibrio y la cinética en la etapa de lixiviación, así como también la cinética en el secado, hasta obtener una pasta de achiote; el propósito de estos análisis era determinar la cantidad de soluto en el extracto sobre la cantidad de soluto que se puede remover del sólido insoluble y cuanto líquido queda atrapado en dicho sólido, así como la influencia de la temperatura tanto en la extracción como el secado, dichos análisis permitieron concluir los parámetros óptimos de operación para futuros estudios y dimensionamiento de equipos a escala de planta piloto.

Se llevaron a cabo experimentos de equilibrio para el sistema de extracción agua-extracto de achiote-semilla de achiote fresca a dos diferentes temperaturas que fueron 50°C y 75°C. Se construyeron los diagramas de equilibrio formados por el diagrama de solubilidad y la curva de distribución en un rango de relación másica de soluto en el extracto de 0 a 0.029. Además se realizaron experimentos para evaluar la cinética de lixiviación a 50°C y 75°C en un sistema de reactores enchaquetados previamente utilizado por Vallecillo (2001). Los experimentos de secado fueron realizados en un secador de túnel, haciendo pasar un flujo de aire, con humedad y temperatura previamente controladas, sobre la muestra contenida en una placa de teflón rectangular. Se calcularon las curvas de secado y velocidad de secado a diferentes temperaturas 50°C, 60°C y 75°C a la velocidad máxima del equipo de 0.93m/s, lo que permitió analizar la influencia de la temperatura sobre la cinética del secado de la pasta de achiote. En base a las curvas de velocidad de secado calculadas, se calculó también la curva característica de secado de la pasta de achiote.

Los resultados de equilibrio muestran que al aumentar la temperatura, independientemente de la relación másica de soluto en el extracto obtenida, se alcanzan mayores concentraciones de soluto en el extracto que la solución atrapada en el sólido insoluble. A mayor temperatura el sólido insoluble retiene preferiblemente al solvente. En los experimentos de cinética de lixiviación, se determinó que la velocidad de extracción se ve afectada apreciablemente por la temperatura. Según los experimentos de cinética de secado de la pasta de achiote, esta no se vio afectada considerablemente al aumentar la temperatura debido a que se forma una capa impermeable en la superficie que impide la transferencia de masa.

ÍNDICE

Dedicatoria	i
Agradecimientos	ii
Carta del catedrático	iii
Resumen	v
Tabla de contenido	vi
Lista de figuras y tablas	viii
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS	2
III. MARCO TEÓRICO	3
3.1. Generalidades	3
3.1.1. Origen y distribución	3
3.1.2. Descripción botánica	3
3.1.3. Clasificación	5
3.1.4. Variedades	5
3.1.4.1. Frutos redondos	6
3.1.4.2. Frutos cónicos	6
3.1.4.3. Frutos lanceolados	6
3.1.5. Características fisicoquímicas de la semilla de achiote	6
3.2. Usos	8
3.2.1. Adhesivo	8
3.2.2. Cosmético	8
3.2.3. Insecticida	8
3.2.4. Medicinal	8
3.2.5. Alimento para animales	9
3.2.6. Colorantes	9
3.2.6.1. Usos en la industria como colorante	9
3.3. Datos de producción	11
3.3.1. Situación actual de la producción de semilla de achiote en Centroamérica	11
3.4. Teoría de extracción	13
3.4.1. Aspectos generales sobre lixiviación	13
3.4.2. Tipos de extracción	13
3.4.2.1. Extracción con agua	13
3.4.2.2. Extracción alcalina	14
3.4.2.3. Extracción con solventes	14
3.4.2.4. Extracción enzimática	14
3.4.3. Etapa ideal	14
3.4.4. Factores que afectan la extracción	15
3.4.4.1. Tipo de solvente	15
3.4.4.2. Criterio de selección del solvente	15
3.4.4.3. Temperatura	15

3.4.4.4.	Agitación del fluido	15
3.4.4.5.	Relación solvente sólido	16
3.4.5.	Lixiviación en una sola etapa	16
3.4.5.1.	Balance de masa total	16
3.4.6.	Equilibrio	18
3.4.6.1.	Diagrama de equilibrio de la lixiviación	19
3.4.7.	Cinética de la lixiviación	21
3.5.	Teoría de secado	21
3.5.1.	Definiciones	22
3.5.2.	Cinética de secado	23
3.5.2.1.	Curva de secado	23
3.5.2.2.	Curva de velocidad de secado	24
3.5.2.3.	Curva característica de secado	25
IV.	MATERIAL Y MÉTODO	28
4.1.	Material	28
4.1.1.	Semilla y solvente	28
4.2.	Método	28
4.2.1.	Descripción de los experimentos de lixiviación	28
4.2.1.1.	Equipos para la obtención de datos de equilibrio de la lixiviación	28
4.2.1.2.	Determinación diagramas de equilibrio de la lixiviación	29
4.2.1.3.	Equipos para la obtención de datos de cinética de la lixiviación	31
4.2.1.4.	Determinación curvas de cinética de la lixiviación	31
4.2.2.	Descripción de los experimentos de secado	33
4.2.2.1.	Equipos para la obtención de datos de la curva característica de secado	33
4.2.2.2.	Determinación curva característica de secado	34
V.	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	36
5.1.	Introducción	36
5.2.	Resultados de los experimentos de equilibrio de lixiviación	36
5.3.	Resultados de los experimentos de cinética de lixiviación	41
5.4.	Resultados de los experimentos de cinética de secado	42
VI.	CONCLUSIONES	47
VII.	RECOMENDACIONES	48
VIII.	NOMENCLATURA	49
IX.	BIBLIOGRAFÍA	51

Lista de figuras y tablas

Figuras

Figura		Página
Figura 3.1	Lixiviación en una sola etapa	16
Figura 3.2	Diagramas típicos de equilibrio	20
Figura 3.3	Curva de secado	23
Figura 3.4	Curva de velocidad de secado	25
Figura 3.5	Curva característica de secado	27
Figura 4.1	Esquema del sistema para la obtención de datos de equilibrio de lixiviación	29
Figura 4.2	Esquema del equipo para la obtención de datos de cinética de lixiviación	31
Figura 4.3	Secador de túnel	34
Figura 5.1	Diagrama de equilibrio para el sistema agua-extracto de achiote- semilla de achiote a 50°C	39
Figura 5.2	Diagrama de equilibrio para el sistema agua-extracto de achiote- semilla de achiote a 75°C	40
Figura 5.3	Curva de lixiviación para el sistema agua-extracto de achiote-semilla de achiote a 50°C y 75°C	42
Figura 5.4	Curva de secado y curva de velocidad de secado a 50°C	45
Figura 5.5	Curva de secado y curva de velocidad de secado a 60°C	45
Figura 5.6	Curva de secado y curva de velocidad de secado a 75°C	46
Figura 5.7	Curva característica de secado	46

Tablas

Tabla

		Página
Tabla 3.1	Clasificación botánica	5
Tabla3.2	Composición de semilla de achiote en base seca y húmeda sin colorante	7
Tabla 3.3	Composición de semilla de achiote (mg/100g)	7
Tabla 3.4	Composición de semilla de achiote (g/100g)	8
Tabla 3.5	Usos permitidos de achiote y máximos niveles de adición en alimentos	10
Tabla 3.6	Exportaciones de semilla de achiote	12
Tabla 3.7	Importaciones de semilla de achiote	12

I. INTRODUCCIÓN

El achiote es una planta que crece en casi toda Latinoamérica, siendo Nicaragua uno de los países con las características óptimas para su desarrollo. Dentro de la composición de la semilla de achiote el constituyente más destacado es la bixina, utilizado como colorante en diferentes industrias tales como lácticas, alimenticias, cosméticos, farmacéutica, cerámicas, barnices entre otras. La semilla despigmentada por su alto contenido de carbohidratos, proteínas y minerales se utiliza como subproducto alimenticio en la dieta de algunos animales.

El uso y consumo de achiote en Nicaragua data desde la época de las tribus nativas que lo utilizaban para pintarse el cuerpo, como repelente de mosquitos y como medicina.

En la actualidad en Nicaragua se utiliza como condimento alimenticio, preparándose de manera artesanal, moliendo la semilla de achiote entera y seca con maíz, arroz y especias para la obtención en forma de pasta y esta es comercializada en los diferentes mercados populares; sin embargo también en algunos supermercados bajo diferentes marcas reconocidas.

En la Facultad de Ingeniería Química (FIQ) de la Universidad Nacional de Ingeniería (UNI) no se encontraron estudios relacionados con respecto al aprovechamiento de achiote, con algunas excepciones de proyectos estudiantiles en las ferias tecnológicas de la facultad. Por otra parte se han realizado en el marco del programa de investigaciones de ingeniería de procesos una serie de trabajos dedicados a estudios de la lixiviación y el secado.

El objetivo de estos trabajos ha sido estudiar el efecto de parámetros como temperatura, relación sólido-solvente, tiempo de agitación, métodos de separación y establecer los balances de materia que se involucran en el proceso. En el caso de secado, al estudio de la cinética de secado de diferentes materiales entre granos, alimentos, semillas, vegetales, madera y fármacos.

Los resultados obtenidos de estos trabajos fueron de gran utilidad para sentar las bases de este estudio.

La presente investigación comprende el estudio teórico y experimental, del proceso de lixiviación en una sola etapa o lixiviación discontinua para obtener extracto de achiote, evaluando la influencia de la temperatura y relación sólido-solvente. También se pretende evaluar el secado convectivo y la influencia de la temperatura en este. Estos datos serán útiles para comprender el comportamiento característico del procesamiento de achiote ante ciertas condiciones de operación que determinan la cinética de lixiviación y secado, dos de las operaciones determinantes en el aprovechamiento de achiote.

II. OBJETIVOS

Objetivo general

- Evaluar teórica y experimentalmente a nivel de laboratorio los parámetros de operación en el procesamiento de semillas de achiote como son la lixiviación y el secado para la obtención de achiote en pasta.

Objetivos específicos

- Determinar los diagramas de equilibrio y la curva de cinética en la lixiviación de extracto de achiote.
- Determinar la influencia de la temperatura en la lixiviación mediante la relación de la cantidad de soluto en el extracto de achiote y la cantidad de soluto que se puede remover del solido insoluble.
- Determinar la curva característica de secado de la pasta de achiote.

III. MARCO TEÓRICO

3.1. Generalidades

3.1.1. Origen y distribución

El achiote, es una especie botánica de planta arborescente de las regiones intertropicales de América, distribuida desde México hasta Brasil. La palabra achiote es una castellanización del náhuatl *achiotl*. La etimología del nombre binomial corresponde a *bixa*, latinización del portugués *bixa orellana*, dedicado al explorador español Francisco de Orellana (1490-1546) (Fernandez, 2011).

El achiote en diferentes países recibe otros nombres que son: abujo (Colombia), acanguarica (México) *acose*, *achote* (Colombia, Costa Rica, Ecuador, México, Nicaragua, Panamá, Perú), *achote de monte* (Colombia, Nicaragua) *achiotl* (México), *achihuite* (Perú), *achiotillo* (Colombia, Costa Rica) *achuete*, *aisiri*, *analte*, *anate* (Perú), *annatta*, *annatto* (Argentina, Costa Rica, Panamá), *annetto*, *annotta*, *arnota*, *atsuwete*, *Aplopplas*, *Azafran de la Tierra* (Uruguay), *Beni-ningún-ki*, *Beni-No-Ki*, *Bija* (Colombia, C. R., Rep. Dominicana, España), *bijo* (Colombia), *bijol*, *bixa*, *biza* (Colombia), *bizo*, *cacicuto*, *diteque*, *eroyá chamgarica*, *chancanguarica*, *changuarica*, *foucou*, *jafara*, *kham thai*, *kasujmba-kelling*, *katsha*, *kisafa*, *krikra*, *kuswé*, *latkhan*, *lipstick tree*, *manso de casa*, *onoto* (Colombia, Costa Rica, Venezuela), *orellana*, *orlean*, *orleana*, *orleanstrauch*, *oroyá*, *orocú-axiote*, *permacoa*, *pumacoa*, *rocou* (Argentina), *rocouyer*, *rucú,rukú*, *sendri*, *shambu*, *so*, *shong guo*, *uñañé*, *urucú* (Argentina, Costa Rica), *urucum*, *urucuicero*, *urukú* (Pérez et al, 2003).

3.1.2. Descripción botánica

Según el Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria y Forestal (CNTAF, 2003) de El Salvador, con su manual técnico se presenta la siguiente descripción botánica.

- Árbol

Es un árbol de rápido desarrollo, alcanza alturas que van de los 3.0 m hasta los 6.5 m de altura, en su hábitat natural y en plantaciones comerciales. Es generalmente ramificado desde su base. El tallo puede llegar a medir hasta 30 centímetros de diámetro. Follaje extendido de más de 10 m. de diámetro en árboles dejados a libre crecimiento.

- Hojas

Simple, alternas, con pecíolo corto, cordiformes o acorazonadas, enteras, tienen un ápice acuminado y un borde cordado; son brillantes de color verde oscuro, y variables en su tamaño dependiendo del tipo de achiote que se cultive. Los análisis químicos de las hojas muestran que el achiote tiene: taninos, saponinas y terpenos.

- Flores

Flores compuestas, actinomorfas, de sexualidad hermafroditas, dispuestas en panoja, poseen cáliz de cinco pétalos libres, de prefloración imbricada y cinco sépalos. Estambres indefinidos, libres en la base; filamentos filiformes, de color blanco, amarillo y violeta. Posee anteras bitecas y de dehiscencia poricida.

- Floración

Florece en la estación húmeda. En Centroamérica generalmente hay plantas de achiote que inician su floración entre julio y septiembre con un máximo de floración en agosto. La floración dura entre 3 y 4 meses y no es sincronizada.

- Polinización

En el achiote la polinización es entomófila, siendo polinizada por abejas, avispas, hormigas, moscas y mariposas; en las poblaciones naturales son las abejas y las mariposas los principales insectos polinizadores. La apertura de las flores se inicia entre las 4:00 a.m. y 5:00 a.m. y el grano de polen permanece viable durante 10 a 11 horas.

- Fruto o cápsula

El fruto es una cápsula. En su forma pueden ser redondas, acorazonadas, lancetadas y oblongas. Está cubierto de muchos apéndices o setas, que pueden ser largos, medianos y cortos, aunque existen cultivares que no los tienen. También pueden ser abundantes y ralos. La cápsula generalmente está compuesta de 2 lóbulos o segmentos, aunque debido a cruzamientos naturales hay frutos o cápsulas de tres segmentos conteniendo mayor número de semillas. El fruto contiene un número variable de semillas, entre 20 y 55, la cual parece estar ligada a la polinización entomófila o por insectos. El fruto en el exterior posee unas protuberancias de forma triangular y en el interior posee una placenta donde se aloja la semilla.

- Semilla

Es muy pequeña de 3.5 a 5 mm. De longitud y está situada dentro de una placenta, siendo sostenida por un pedúnculo. La semilla tiene forma piramidal y está unida a la placenta por la parte más puntiaguda. En la parte más gruesa tienen una mancha circular, color negro.

La semilla a su vez tiene una hendidura o fisura en un solo lado, que va desde la parte más puntiaguda de la semilla hasta la mancha circular en la parte más gruesa.

La semilla está formada por una membrana porosa debajo de la cual empiezan a formarse los colorantes bixina y orellina, Los cuales al ser exudados a través de esa membrana forman una capa cerosa que contiene los colorantes rojos o amarillos cuando la semilla ya ha madurado y está seca.

- Crecimiento

Especie de rápido crecimiento; madura a una edad muy temprana y es de vida larga. Vive entre 25 y 30 años y si se le da buen manejo hasta los 50 años.

3.1.3 Clasificación

El achiote pertenece a la familia de las bixacea en la tabla 3.2 botánicamente se muestra su clasificación.

Tabla 3. 1. Clasificación botánica	
Reino	Plantae (Vegetal)
Subreino	Tracheobionfa
División	Magnoliofita
Supervisión	Espermatofita
Subdivisión	Angiosperma
Clase	Magnoliopsida
Subclase	(Dicotiledonea)
Orden	Dilleniidae
Familia	Violales (Parietales)
Genero	Bixacea
	Bixa
	Orrellana linneo, upatensis
	grosscurdy, platicarpa,
Especies	urucurana, shporrocarpat,
	azara R y P.

Fuente: (Reyes, 2012)

3.1.4. Variedades

El achiote es una especie alógama con una amplia variabilidad genética, este es del orden del 56.18 % entre árboles y el 14.5 % entre panículas en un mismo árbol, según el Manual Técnico del Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria y Forestal (CNTAF, 2003), razón por la cual se ha hecho un tanto difícil poder encontrar plantas con características fenotípicas que definan un tipo de planta, aunque hay caracteres que se mantienen en éste cultivo.

Para la elección genética de las mejores plantas es necesario tomar en cuenta los índices de rendimiento como son; el número de semillas por cápsula, número de cápsulas por racimo, número de racimos por planta, contenido de bixina, dehiscencia, facilidad con la que se desprende la semilla de la cápsula y la tolerancia natural al mildiu polvoriento, *Oidium bixae* L, este último un tipo de plaga (CNTAF, 2003).

Según un estudio del cultivo de achiote realizado en el Ministerio Agropecuario y Forestal (MAGFOR), las variedades de achiote que presentan las mejores características de siembra en Nicaragua son las siguientes.

3.1.4.1. Frutos redondos

Sus frutos son redondos, de tamaño, color y cantidad de espinas o pelos variables. El fruto fisiológicamente maduro no se abre; la apertura de las capsulas se da, cuando los racimos se han pasado de corte.

Estas variedades son las que tienen mayor concentración de Bixina, llegando a tener entre 10.55% y 7% (MAGFOR, 1987).

Casa sola, pertenece a la variedad de frutos redondos, tiene alto contenido de bixina. De este existen plantaciones en Chinandega, La Paz Centro, Esquipulas, Masaya, Granada, Rivas, San Carlos y el Rama (MAGFOR, 1987).

El alto contenido de Bixina de esta variedad se comprobó en muestras que se enviaron a la República Democrática Alemana (RDA) en 1984 y en este año, además el Laboratorio de Alimentos (LABAL) hizo diferentes pruebas confirmando lo anterior (MAGFOR, 1987).

3.1.4.2. Frutos cónicos

Los frutos son cónicos, de tamaño, color cantidad de espinas o pelos variables. Pueden producir hasta 2 veces al año y sus capsulas no se abren.

Presenta un contenido intermedio de bixina entre el 7% y 4% (MAGFOR, 1987).

3.1.4.3. Frutos lanceolados

Estas variedades tienen poco contenido de Bixina, se les conoce como, pico de pájaro, tienen un excelente rendimiento y solo producen una vez al año. Sus capsulas no se abren cuando maduran, tienen poco pelo y son de tamaño y color variable (MAGFOR, 1987).

3.1.5. Características fisicoquímicas de la semilla de achiote

La semilla de achiote está constituida por tres partes: una parte externa (resina roja que contiene los pigmentos), una película o testa y la parte interna que incluye el endocarpio y una membrana (Espinosa, 1987).

La composición de estas partes es la siguiente:

- Parte interna: (10% de la semilla fresca)
- Pericarpio: 1.1% aceites esenciales, 3% sustancia cerosa con acción paralizante sobre los parásitos de los intestinos mamíferos.
- Endocarpio: 8% a 11% aceites esenciales, 1.5% a 1.8% cenizas.

- Testa: (20% de la semilla fresca) 1% a 1.65% resinas, 0.05% aceites esenciales
- Parte externa: (70% en peso de la semilla fresca) 40% a 45% celulosa, 20% a 28% agua, 4.5% a 5% pigmentos

La composición de la semilla es variable en dependencia del origen geográfico y de la especie seleccionada. En la tabla 3.2 se muestra la composición de la semilla en base seca y en base húmeda sin colorante.

Tabla 3. 2. Composición de semilla de achiote en base seca y en base húmeda sin colorante.

Análisis	Base Húmeda	Base Seca
Humedad	9.30%	‘
Proteína	16.15%	17.80%
Ceniza	5.05%	5.56%
Grasa	3.39%	3.73%
Carbohidratos	66.11%	72.82%
Material insoluble	9.19%	10.13%
Calcio	0.39%	0.42%
Fosforo	0.43%	0.47%
Hierro	104.9 ppm	115.73 ppm
Potasio	1.42%	1.56%
Zinc	76.0 ppm	83.87 ppm
Magnesio	0.33%	0.36%

Fuente: Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria y Forestal (CNTAF, 2003)

La composición tanto química como nutricional de la semilla de achiote es muy variada como puede observarse en la tabla 3.3.

Tabla 3. 3. Composición de semilla de achiote (mg/100g)	
Componentes	Unidades(mg/100g)
Calcio	7
Fosforo	10
Hierro	1.4
Vitamina A	45
Riboflavina	0.2
Niacina	1.46
Tiamina	0.39
Ácido Ascórbico	12.5

Fuente: (Velásquez, 2007)

Los pigmentos de la semilla de achiote que se encuentran en la parte mas externa tiene diferentes compuestos según se muestra en la tabla 3.4.

Tabla 3. 4. Composición semilla de achiote (g/100g)

Componentes	Unidades (g/100g)
Proteínas	12.3-13.2
Pectina	0.23
Carbohidratos	39.91-47.90
Ceniza	5.44-6.92
Taninos	0.33-0.91
Pentosanos	11.35-14.97
Carotenoides	1.21-2.30
-Carotenos	6.8-11.30

Fuente:(Velásquez, 2007)

3.2. Usos

El Achiote es un árbol que puede ser aprovechado en su totalidad como sus hojas, ramas, raíces, fruto y semillas; las cuales según el tratamiento que se le dé derivan los diferentes usos descritos a continuación.

3.2.1. Adhesivo

De las ramas se obtiene una goma que es similar a la goma araboga. Es comestible, (fruta, bebidas, dulces, semillas, aceite, verduras). Como condimento y saborizante de platillos exóticos (Ullauri, 2010).

3.2.2. Cosmético

El aceite de las semillas es emoliente y su contenido alto en carotenoides provee propiedades antioxidantes. Se usa en productos para el cuidado del cuerpo, como son: cremas, lociones y champú (Ullauri, 2010).

3.2.3. Insecticida

Algunos indígenas de América del sur usan el achiote, corteza, fruto (cáscara) adicionándole grasa para frotarse la piel y defenderse del piquete de los mosquitos. La mancha que deja es muy tenaz (Velásquez, 2007).

3.2.4. Medicinal

Tiene propiedades y acciones: astringente, antiséptico, emoliente, antibacterial, antioxidante, expectorante, cicatrizante, febrífugo y anti disentérico. La utilización de la semilla y el fruto se considera un antídoto eficaz contra envenenamiento por *jatropha curcas* (dolores abdominales, diarrea, vomito, irritación de garganta, gastroenteritis), manihotes culenta (manifestaciones disneicas y hasta la muerte del sujeto), sarampión, viruela, enfermedades del riñón. El aceite de las semillas puede usarse con buen éxito contra la lepra. La pulpa se usa para tratar quemaduras y ampollas. Raíz: digestiva y antitusiva (Ullauri, 2010).

3.2.5. Alimento para animales

La semilla despigmentada se utiliza como sustituto de subproductos de trigo en la alimentación de vacunos, ovinos, cerdos, aves de corral y cuyes. La semilla de achiote contiene altos niveles de carbohidratos por lo que puede reemplazar entre el 30 y 50% del maíz utilizado en la dieta de pollos de carne (Artieda, 2010).

3.2.6. Colorantes

Hay dos productos principales del achiote, la bixina y la norbixina, el pigmento se encuentra en la superficie en la porción carnosa (arilo rojo-naranja) que envuelve a la semilla del achiote, son compuestos algo diferentes químicamente entre ellos, clasificados como carotenoides (Velásquez, 2007).

La bixina tiene una estructura química similar al núcleo del caroteno con un grupo carboxílico libre y otro esterificado en los extremos de la molécula. Dando las características de un ácido orgánico y los dobles enlaces conjugados forman una estructura química con una alta resonancia dándole una estabilidad excepcional y un alto poder colorante; es insoluble en agua, ligeramente soluble en etanol y fácilmente soluble en éter, soluciones alcalinas, cloroformo, ácido acético y en los aceites (Guzmán et al., 1992).

En su estado natural, la bixina está bajo forma CIS, lo cual no es corriente para los carotenoides. En cambio, la forma TRANS aparece muy fácilmente por isomerización. La norbixina diácida, es insoluble en agua pero puede ser transformada en sales solubles de agua por el ataque de una base (Espinosa, 1987).

3.2.6.1. Usos en la industria como colorante

Se usa en las industrias de los derivados lácteos, cárnicos, grasas, helados, cosméticos, condimentos, cerámica, pintura, tintes, jabones, esmaltes, barnices, lacas, teñido de sedas y telas de algodón y en la industria farmacéutica (Devia y Saldarriaga, 2003).

También como fuente de pigmentación de la yema del huevo, a fin de obtener una coloración deseable, semejante a la obtenida con carophyll un colorante sintético.

El uso de los colores derivados de achiote para alimentos es controlado por la directiva de la comunidad Europea tienen una lista de colores permitidos y una lista de los alimentos a los cuales estos colores pueden ser agregados, y límites máximos apropiados para la adición, en la tabla .3.5 se muestran estos usos.

Tabla 3. 5. Usos permitidos de achiote y máximos niveles de adición en alimentos

Tipo de alimentos	Niveles máximos permitidos (mg/Kg)
Mantequilla, emulsiones de grasas, grasas esenciales libres	10
Decoraciones y envolturas	20
Panadería fina	10
Helados	20
Licores, incluyendo bebidas fortificadas con <15% del alcohol por volumen	10
Saborizantes de quesos	15
Naranjas maduras, queso amarillo y blanco, quesos procesados sin saborizantes	15
Postres	10
Botanas: papas, cereal o productos de almidón	20
Cacahuates	10
Pescado ahumado	10
Cubierta de queso comestible	20
Palomitas, frutas saborizadas en cereales	25

Fuente: (Velásquez, 2007)

3.3. Datos de producción

Los principales países a quienes se les vende semilla de achiote son: Estados Unidos, Costa Rica, Puerto Rico, Venezuela, Canadá.

Las semillas de achiote se industrializan para extraer el colorante y comercializarlo en forma de polvo, pasta o de extracto líquido. Los principales países a quienes se le vende derivado de achiote bixina o norbixina son: Estados Unidos (quien está demandando este producto en diferentes concentraciones, siendo la más solicitada Bixina Cristal al 95%), Japón, Alemania, Holanda (Velásquez, 2007).

Según la Organización de las Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura, mundialmente conocida como FAO (por sus siglas en inglés: Food and Agriculture Organization) Perú es el primer productor y exportador mundial de achiote, representando un 35% de la producción mundial, el otro 65% proviene de Kenia, Brasil e India.

3.3.1. Situación actual de la producción de semilla de achiote en Centroamérica

Guatemala es el país con más desarrollo en este cultivo, lo cual le ha permitido darse a conocer a nivel internacional, como uno de los países con mayor trayectoria en la producción de semilla de achiote, esto ha sido muy beneficioso para Guatemala en el sentido que ha podido ganar nuevos mercados a nivel internacional, llegándose a convertir en el país con mayores niveles de exportación de semilla de achiote a nivel centroamericano (Flores et al., 2005).

El resto de países centroamericanos, son principalmente importadores de semilla de achiote, debido a que sus volúmenes de exportación son relativamente bajos.

En Nicaragua a los países a quien se le ha exportado semilla de achiote son: Alemania, Costa Rica, El Salvador, España, Estados Unidos, Francia, Honduras, recientemente a partir del 2007 hasta el 2012 se registran datos. En el 2012 solo a Estados Unidos y El Salvador, estos datos se observan en la tabla 3.6.

Los países a quien se le ha importado semilla de achiote son: Costa Rica, Estados Unidos, Guatemala, Honduras, Perú. En el 2011 no hubo importaciones. En la tabla 3.7 se observan los datos de importaciones.

Tabla 3. 6. Exportaciones de semilla de achiote

País de origen	EXPORTACIONES											
	2007		2008		2009		2010		2011		2012	
	Volumen (Kg)	Valor (U\$)	Volumen (Kg)	Valor (U\$)	Volumen (Kg)	Valor (U\$)	Volumen (Kg)	Valor (U\$)	Volumen (Kg)	Valor (U\$)	Volumen (Kg)	Valor (U\$)
Alemania	-	-	-	-	-	-	5.00	0.46				
Costa Rica	-	-	-	-	136.00	60.00	-	-				
El Salvador	36,684.52	15,585.0	31,901.40	21,174.8	-	-	12,927.17	4,290.00	10,526.84	6,044.00	23,587.79	14,319.0
España	-	-	14,729.04	12,755.8	-	-	-	-				
Estados Unidos	8,132.45	2,815.50	4,794.13	4,447.08	6,881.87	6,999.45	9,353.68	9,058.10	6,182.96	5,470.67	5,040.60	4,984.44
Francia	-	-	-	-	0.27	0.28	-	-				
Honduras	16,636.37	732.00	13,636.36	31,200.0	2,840.90	6,500.00	-	-	9,073.96	10,015.3		

Fuente: Ministerio de Industria y Comercio (MIFIC), con información de la Dirección General de Aduana (DGA)

Tabla 3. 7. Importaciones de semillas de achiote

País de origen	IMPORTACIONES													
	2005		2006		2007		2008		2009		2010		2012	
	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor (U\$)	V (Kg)	Valor(U\$)
Costa Rica	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	161.26	473.24	3,288.12	8,510.70
Estados Unidos	-	-	-	-	1.00	2.98	-	-	-	-	-	-	0.01	15.22
Guatemala	-	-	-	-	322.00	98.23	4,160.00	1,225.12	10,684.18	2,621.26	3,071.78	759.19	1,075.60	367.66
Honduras													4.00	12.73
Perú													22.00	130.32

Fuente: Ministerio de Industria y Comercio (MIFIC), con información de la Dirección General de Aduana (DGA)

3.4. Teoría de extracción

3.4.1. Aspectos generales sobre lixiviación

La lixiviación es la disolución preferente de uno o más componentes de una mezcla sólida por contacto con un disolvente líquido.

El proceso puede ser empleado para la producción de una solución concentrada a partir de un material sólido valioso, o a fin de liberar un sólido insoluble, tal como un pigmento, a partir de un material soluble con el cual es contaminado (Treybal y Rodríguez, 1988).

La lixiviación puede verificarse por métodos de contacto continuo o discontinuo. En la lixiviación discontinua, el disolvente y el sólido son inicialmente cargados en un recipiente. Se permite que haya contacto por un cierto tiempo, con o sin agitación, y finalmente se separan el extracto y el sólido agotado. Como se emplea una cantidad finita de disolvente, la extensión de la extracción estará limitada por el equilibrio sólido-líquido. Parte del extracto queda atrapado por el sólido por lo cual solo se lograra una remoción parcial del soluto (Ramirez, 1996).

En el segundo paso la separación se puede realizar por centrifugación, sedimentación, filtración, evaporación o decantación. Independientemente de la operación mecánica empleada, en la práctica siempre quedara una cantidad de solución atrapada en el sólido y por tanto no se podrá retirar todo el soluto en una sola etapa (Treybal y Rodríguez, 1988).

3.4.2. Tipos de extracción

Dentro de los procesos industriales reportados para la obtención del extracto que cubre la semilla de achiote, la cual es básicamente una extracción sólido líquido o lixiviación, se pueden reportar los siguientes.

3.4.2.1. *Extracción con agua*

Este es el método más antiguo y tradicional que se conoce para obtener el pigmento del achiote. Consiste en un lavado de las semillas con agua caliente o fría bajo condiciones de agitación.

La pulpa remojada es decantada y pasa después a un evaporador con exceso de agua, donde la pasta de achiote es recolectada.

Finalmente la pasta se deja secar y seguidamente pasa por molienda para obtener el polvo (Guzmán et al., 1992).

3.4.2.2. Extracción alcalina

Las semillas, se dejan en remojo en solución alcalina con una concentración en un rango de 0.5% a 2% (KOH o NaOH) por un periodo de 12 horas. Luego se separa la solución coloreada y las semillas que quedan se mezclan con otra parte de la solución de KOH o NaOH y se agitan durante un tiempo que se determina experimentalmente.

Después de la agitación, las semillas se separan nuevamente, se lavan con solución de KOH o NaOH y se secan, las soluciones coloreadas resultantes se mezclan. A esta solución básica se le disminuye el pH con ácido sulfúrico o ácido clorhídrico, la solución acidificada se filtra al vacío para acelerar el proceso, con el fin de obtener una torta del colorante que se seca. Finalmente pasa por molienda para conseguir el polvo (Devia y Saldarriaga, 2003).

3.4.2.3. Extracción con solventes

Existe una gran variedad de solventes que pueden extraer directamente el extracto de la semilla del achiote. Solventes como: aceites vegetales, glicoles alcalinos o solventes volátiles entre los que destacan: el etanol, acetona, tricloroetileno, etc. Se ponen en contacto con la semilla para extraer el pigmento con sus respectivos rendimientos (Guzmán et al., 1992).

Después de la extracción completa, el solvente se recupera por destilación.

3.4.2.4. Extracción enzimática

Consiste en poner en contacto las semillas de achiote con agua que contenga una o más enzimas de tipo “alfa” por un periodo de tiempo y a una concentración suficiente para extraer la totalidad del pigmento (Guzmán et al., 1992).

Las semillas se separan de la dispersión acuosa del pigmento y finalmente se seca.

3.4.3. Etapa ideal

Una etapa ideal de lixiviación es cuando la composición del extracto es igual a la del refinado, o lo que es lo mismo. La composición de la solución que se separa del sólido es igual a la de la que queda retenida en el sólido lixiviado, $X = Y$ Esto se logra, cuando no existe adsorción preferencial del soluto por el sólido y se permite un tiempo suficientemente grande que asegure la disolución completa del soluto (McCabe et al., 1991)

En la realidad no se alcanza esta condición debido al tiempo insuficiente de contacto entre el soluto y el disolvente, porque la extracción en su última parte es lenta. Por lo tanto una parte de soluto queda retenido en la superficie del sólido. Donde derivan los siguientes factores.

- Factor de retención

Es la relación entre la masa de solución retenida en el refinado y la masa de solido inerte.

$$C = \text{masa de solución retenida} / \text{masa de solido inerte} \quad (3.1)$$

- Factor de alimentación

Es la relación entre la cantidad de disolvente y cantidad de solido fresco.

$$B = \text{masa de disolvente fresco} / \text{masa de solido fresco} \quad (3.2)$$

3.4.4. Factores que afectan la extracción

El equilibrio donde se determina la máxima concentración de soluto y la cinética el tiempo requerido se ven influenciadas por una serie de parámetros y características descritos a continuación.

3.4.4.1. Tipo de solvente

El solvente corresponde a un líquido capaz de disolver una sustancia compatible que se halla en un sólido o líquido según sea el caso.

La extracción con solventes no destruye las sustancias, simplemente las separa concentrándolas en su seno, para su posterior refinación con otros procedimientos y técnicas (Ullauri, 2010).

3.4.4.2. Criterio de selección del solvente

Los principios activos de las plantas son extraídos principalmente con etanol, para sus posteriores estudios y utilidades. Sin embargo el agua ha sido desde siempre el mejor solvente al considerar su poder de extracción en fase solido líquido (Ullauri, 2010).

3.4.4.3. Temperatura

La temperatura influye de manera positiva la solubilidad del solido en el líquido, incrementando la velocidad de extracción. Sin embargo para extracciones de solutos orgánicos se debe tener cuidado con la influencia de la temperatura en la estructura molecular del sólido (Ullauri, 2010).

3.4.4.4. Agitación del fluido

La agitación de solvente es importante, incrementa la difusión de la masa en líquido, aumentando la transferencia de masa, la agitación de partículas finas evita sedimentación y da uso del área interfacial generando mayor efectividad (Ullauri, 2010).

3.4.4.5. Relación solvente sólido

El gradiente de concentración del soluto entre la fase sólida y la fase líquida varía al agregar mayor o menor cantidad de solvente a una cantidad fija de sólido, o viceversa. Así se establece una relación sólido solvente por unidad de masa o por unidad de volumen. Adicionar gran cantidad de solvente (aumentar relación) facilita en cierto grado la extracción, a la vez que aumenta su velocidad. Pero esto implica la disolución del extracto, aumentando así la cantidad de energía requerida en la separación del soluto (Espinosa, 1993).

3.4.5. Lixiviación en una sola etapa

La figura 3.1 representa la operación de mezclado del sólido y del disolvente de lixiviación y la separación mecánica de las fases resultantes. La alimentación se representa por F (g) para las semillas frescas y D (g) para el solvente. Los efluentes o descargas son R_1 (g) para el Refinado y E_1 (g) para el extracto. La fracción másica de soluto en el flujo inferior es x , y la fracción másica de soluto en el flujo superior es y (Treybal y Rodríguez, 1988).

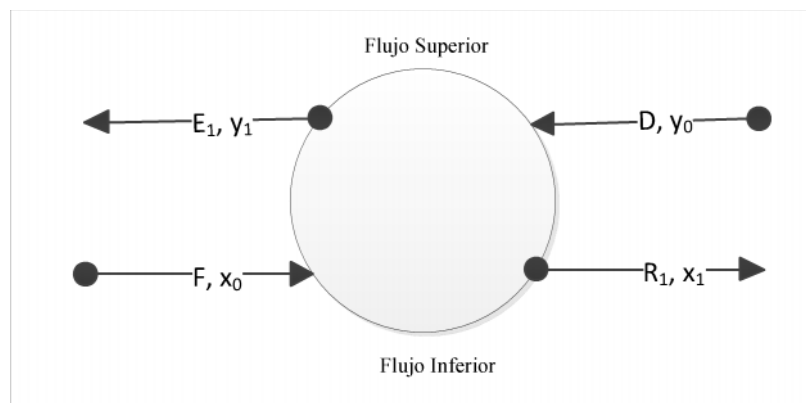


Figura 3. 1. Lixiviación en una sola etapa

3.4.5.1. Balance de masa total

Masa de sólido seco + Masa de disolvente = Masa de Refinado + Masa de Extracto

$$F + D = R_1 + E_1 \quad (3.3)$$

El refinado que está formado por la solución retenida e inerte, se calcula:

$$R_1 = F(1 - x_0) + F(1 - x_0)C \quad (3.4)$$

Simplificando queda:

$$R = F(1-x_0)(1+Q) \quad (3.5)$$

Introduciendo la ecuación (3.5) en la ecuación (3.3) se obtiene el extracto:

$$E_1 = F \left[B + x_0 - Q(1-x_0) \right] \quad (3.6)$$

La fracción de soluto en el extracto se calcula a través de un balance de soluto:

$$Fx_0 + Dy_0 = R_1x_1 + E_1y_1 \quad (3.7)$$

En una etapa ideal la composición de la solución retenida en el sólido es igual a la del extracto:

$$\left(\frac{m_s}{m_d + m_s} \right)_{\text{ref}} = \left(\frac{m_s}{m_d + m_s} \right)_{\text{ext}} \quad (3.8)$$

Donde m_s es la masa de soluto, m_d es la masa de disolvente; el subíndice ref denota refinado y ext extracto.

Entonces:

$$\frac{R_1x_1}{R_1 - F(1-x_0)} = \frac{E_1y_1}{E_1} \quad (3.9)$$

Sustituyendo R_1 , simplificando y despejando x_1 , se obtiene la siguiente expresión:

$$x_1 = \frac{C}{C+1} y_1 \quad (3.10)$$

Sustituyendo la ecuación (3.10) en la ecuación (3.9) para obtener la fracción de soluto en el extracto.

$$y_1 = \frac{x_0}{B+x_0} \quad (3.11)$$

La fracción de soluto recuperada (f_R) se define como la masa de soluto que se extrajo del sólido, entre la masa de soluto que entro inicialmente con el sólido. Realizando un balance de soluto en el flujo superior se tiene:

$$f_R = \frac{E_1y_1}{Fx_0} \quad (3.12)$$

O sustituyendo:

$$f_R = \frac{[B+x_0-C(1+x_0)]y_1}{x_0} \quad (3.13)$$

3.4.6. Equilibrio

La cantidad de solución retenida en el refinado puede depender de los factores descritos anteriormente. Debido a estos se obtienen datos experimentales de variación en la cantidad y composición de la solución retenida en el refinado, en función de la composición del soluto en el extracto. Se conoce como equilibrio práctico cuando los datos se obtienen en condiciones similares a las de los procesos para los cuales se realiza el cálculo de las etapas (Treybal y Rodríguez, 1988).

Como se mencionó anteriormente para los sistemas de tres componentes, el subíndice (d) denota el disolvente puro, (i) el sólido insoluble, y (s) el soluto soluble, la relación másica de uno de los componentes en base libre de solido insoluble se designa Y para el extracto y X para el refinado (Treybal y Rodríguez, 1988).

La composición se expresa como la relación másica de solido insoluble en el extracto:

$$Y_i = \frac{m_i}{(m_d + m_s)_{\text{ext}}} \quad (3.14)$$

Independientemente si el sólido está o no humedecido con el disolvente, la relación másica de solido insoluble en el refinado se expresa como:

$$X_i = \frac{m_i}{(m_d + m_s)_{\text{ref}}} \quad (3.15)$$

La relación másica de soluto en el extracto:

$$Y_s = \frac{m_s}{(m_d + m_s)_{\text{ext}}} \quad (3.16)$$

Relación másica de soluto en el refinado:

$$X_s = \frac{m_s}{(m_d + m_s)_{\text{ref}}} \quad (3.17)$$

3.4.6.1. Diagrama de equilibrio de la lixiviación

Los diagramas de equilibrio entre fases para una mezcla se pueden representar en diagramas del triángulo rectángulo o equilátero. En el caso de la lixiviación en un diagrama triangular se observa a menudo amontonamiento en una esquina, para una mejor apreciación se utiliza el sistema de coordenadas rectangulares, el cual se conoce como diagrama de equilibrio (Martinez y Rus, 2004).

Según Treybal y Rodríguez, (1988); se analizan algunos tipos de curvas de equilibrio que se pueden encontrar en la figura (3.2) donde se describe el diagrama de solubilidad y la curva de distribución.

El diagrama de solubilidad se construye con la relación másica de sólido insoluble X_i frente a la relación másica de soluto X_s , ambas en el refinado formando la curva de flujo inferior o refinado (ABC). La curva de flujo superior o extracto (DEF) se forma con las relaciones másicas de insoluble Y_i y la de soluto Y_s , ambas en el extracto. También se trazan líneas de unión (o rectas de reparto) entre ambas curvas para interceptar los valores de las relaciones másicas de las dos corrientes de salida de cada etapa.

La curva de distribución se forma al graficar la relación másica de soluto en el refinado X_s frente a la relación másica de soluto en el extracto Y_s . Y trazar una línea de 45°C, que representa iguales relaciones másicas de soluto en ambas fases; es decir $X_s = Y_s$.

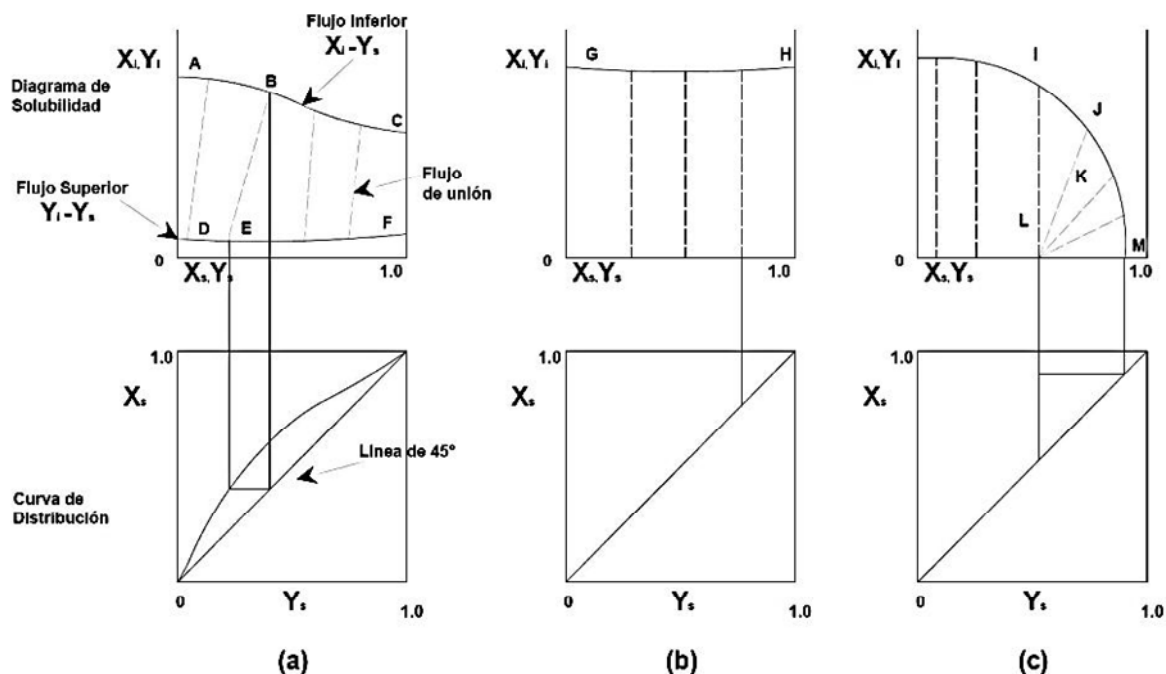


Figura 3. 2. Diagramas típicos de equilibrio

En la figura 3.2 en la sección a, representa cuando el soluto es infinitamente soluble en el disolvente, X_s y Y_s pueden tener valores que van desde 0 hasta 1. La curva de flujo superior está por encima del eje de las abscisas, interpretándose que el sólido es parcialmente soluble en el disolvente o bien la separación no ha sido perfecta. Las líneas de unión, como la línea BE, no son verticales; esto ocurrirá si el tiempo de contacto con el disolvente no es suficiente para disolver todo el soluto; si hay adsorción preferente de soluto en el sólido o si el soluto es soluble en el sólido y no se distribuye por igual entre la fase líquida y la fase sólida en el equilibrio.

En la figura 3.2 sección b muestra un comportamiento ideal ya que no hay adsorción de soluto y; por eso la solución separada y la solución asociada con el sólido tienen la misma composición y las líneas de unión son verticales. Observando en la gráfica inferior una curva X_s - Y_s idéntica a la línea de 45°C. La curva de flujo inferior GH es una línea recta horizontal; lo cual significa que los sólidos poseen el mismo grado de sedimentación o drenaje en todas las concentraciones de soluto. En este caso el extracto no contiene solido insoluble, ni disuelto ni suspendido.

En la figura 3.3 sección c, representa una solubilidad limitada del soluto X_s^* en el disolvente. Las líneas de unión que unen la suspensión y la solución saturada convergen. En este caso, cualquier mezcla K a la derecha de la línea IL se sedimentara para dar una solución saturada clara L y una suspensión J cuya composición depende de la posición de K. El punto M representa la composición del soluto solido puro después del drenado o de la sedimentación de la solución saturada. Puesto que las líneas de unión a la izquierda de IL son verticales, no hay adsorción y los líquidos derramados son claros. Las combinaciones de estas características pueden aparecer en el diagrama de un caso real.

3.4.7. Cinética de la lixiviación

La velocidad de transferencia del disolvente de la solución general hasta la superficie del sólido es bastante rápida, y la velocidad hacia el interior del sólido puede ser rápida o lenta. Sin embargo, en la mayoría de los casos éstas no son las etapas que limitan la velocidad del proceso total de lixiviación. La transferencia de disolventes suelen ocurrir al principio, cuando las partículas se ponen en contacto con el disolvente; aun así, la disolución del soluto en el disolvente en el interior del sólido puede ser un simple proceso físico de disolución o una verdadera reacción química que libera al soluto para la disolución. El conocimiento del proceso de disolución es bastante limitado y el mecanismo puede ser diferente en cada caso (Geankoplis, 2003).

La velocidad de difusión del soluto a través del sólido, y la del disolvente hasta la superficie del sólido suelen ser la resistencia que controla el proceso global de lixiviación y dependen de diversos factores descritos anteriormente (Geankoplis, 2003).

Cuando el sistema es agitado, la difusión del soluto a través de la solución circundante también es rápida. Así que la velocidad de lixiviación dependerá principalmente de la difusión del soluto dentro del sólido (Geankoplis, 2003).

Los datos cinéticos se reportan como curvas de extracción, cuyos ejes varían de acuerdo a la conveniencia del usuario. Sin embargo, siempre trabajan con concentraciones de masa de soluto por unidad de volumen de extracto o de refinado.

$$X' = \frac{\text{masa de soluto}}{\text{masa de sólido secc}} \quad (3.18)$$

$$Y' = \frac{\text{masa de soluto}}{\text{masa de extracto}} \quad (3.19)$$

La fracción de soluto remanente en el sólido se calcula:

$$\frac{X'}{X_0} = \frac{\text{masa de soluto en el sólido}}{\text{masa de soluto inicial en el sol}} \quad (3.20)$$

3.5. Teoría de secado

La operación de secado es importante en la industria química. El objetivo principal es remover o retirar agua del sólido hasta un nivel en donde el crecimiento microbiológico y la deterioración por reacciones químicas sean minimizadas y en algunas ocasiones recuperar

solventes costosos, inflamables o tóxicos, en este último se aplica un proceso de condensación.

Se puede considerar como una operación genérica de interacción gas líquido controlada tanto por la transferencia de materia ya sea en forma líquida a lo interno del sólido o como vapor desde la superficie y la transferencia de calor, necesaria para evaporar el agua de la superficie del sólido.

El calor se transfiere mediante convección, radiación o conducción. El más común en secado es por convección, que consiste en poner material húmedo a una corriente de aire seco bajo una temperatura, humedad y flujo de aire controlado, el cual suministra la energía necesaria para evaporar la humedad del sólido.

3.5.1. Definiciones

Tomando como referencia Treybal y Rodríguez (1988), se mencionan las siguientes definiciones.

- Humedad de equilibrio: Cuando una sustancia se expone al aire (no saturado) comenzará a evaporarse o condensarse agua en él hasta que las presiones parciales del vapor contenido en el aire y del líquido contenido en el sólido se igualen.
- Humedad libre: Es la que se remueve por una temperatura y humedad dada. Puede dividirse en: Humedad no ligada y Humedad ligada.
- Humedad no ligada: en los sólidos higroscópicos, es el contenido de agua que excede al contenido de humedad de equilibrio del sólido, su presión de vapor es igual a la presión de vapor del agua pura a la misma temperatura.
- Humedad ligada: Es agua retenida por el sólido, se encuentra unida químicamente a la molécula y solo desnaturalizando el producto puede ser removida. Su presión de vapor es menor que la del vapor de agua a la misma temperatura.

$$m_T = m_{\text{sec}} + m_w \quad (3.21)$$

Donde m_T es la masa del material total, m_{sec} es masa de material seco y m_w es la masa de agua o de humedad contenida en el material

- Contenido de humedad en base húmeda (z_w): es la cantidad de agua que contiene el sólido referido al sólido húmedo.

$$z_w = \frac{m_w}{m_T} \quad (3.22)$$

Este será el que se utilice salvo que se indique otra cosa.

- Contenido de humedad en base seca (z_{sec}): es la cantidad de agua referida al sólido seco:

$$z_{\text{sec}} = \frac{m_w}{m_{\text{sec}}} \quad (3.23)$$

3.5.2. Cinética de secado

El estudio de la cinética de secado está relacionado con el cambio del contenido de humedad y la temperatura del sólido con respecto al tiempo. Con este estudio se facilita calcular la humedad que se evapora, el tiempo de secado y la energía consumida.

Este proceso se ve bien representado por la curva característica de secado, que está construida en base a los siguientes diagramas.

3.5.2.1. Curva de secado

En la figura 3.3 se representan los datos obtenidos experimentalmente de la variación del contenido de humedad con respecto al tiempo (Keey, 1991).

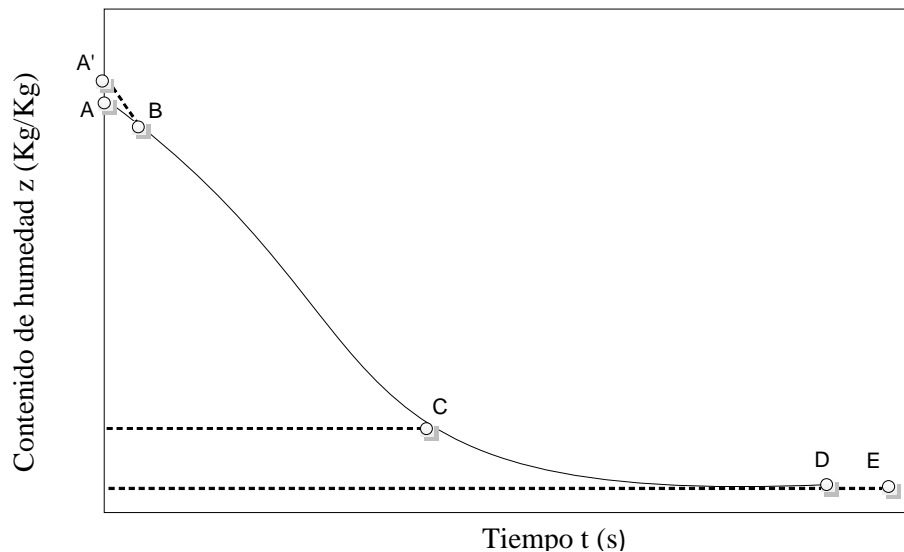


Figura 3. 3. Curva de secado

En ella se aprecia la curva AB, representa el cambio de contenido de humedad en la fase inicial, después se observa un comportamiento constante, la velocidad es igual a la pendiente de la línea BC. En el punto C, llamado punto crítico la línea se convierte en una

curva que se acerca asintóticamente al contenido de humedad del equilibrio del sólido (Keey, 1991).

3.5.2.2. *Curva de velocidad de secado*

Los valores de velocidad de secado como una función del tiempo se calculan de la siguiente manera:

$$N_v = - \frac{m_{\text{sec}}}{A_{\text{sup}}} \frac{dz}{dt} \quad (3.24)$$

Donde A_{sup} es el área superficial expuesta al secado, dz es el diferencial con respecto a la humedad y dt es el diferencial con respecto al tiempo.

En la figura 3.4. Se obtiene la curva de velocidad de secado graficando N_v con respecto al contenido de humedad z .

La línea AB representa el período de calentamiento, durante el cual es suministrado calor sensible al sólido y a la humedad contenida hasta que son alcanzadas las condiciones de proceso. La velocidad de evaporación incrementa dramáticamente durante este período, lográndose remover la mayor cantidad de humedad superficial.

La línea BC representa el período de velocidad constante. El movimiento de la humedad dentro del sólido es lo suficientemente rápido para mantener la superficie del sólido en condiciones saturadas y la velocidad de secado es controlada por la velocidad de transferencia de calor a la superficie.

El secado procede por la difusión de vapor a través de la película fina de líquido que rodea a la superficie del sólido y luego hacia el medio circundante. La velocidad de transferencia de masa balancea la velocidad de transferencia de calor y la temperatura de la superficie saturada permanece constante, siendo muchas veces igual a la temperatura de bulbo húmedo (Velásquez, 2010)

Cuando se alcanza el contenido de humedad crítico z_{cr} , por efecto de la evaporación que el secado produce, la película superficial de humedad se reduce, posterior produce puntos secos sobre la superficie. En la figura (3.4) el punto CD representa el periodo de secado superficial, la primera fase del periodo decreciente de la rapidez, dado que la velocidad de secado disminuye, aun manteniéndose constante la rapidez por unidad de superficie húmeda (Keey, 1991).

La línea DE representa la rapidez con la que se remueve la humedad a través del sólido, es la etapa controlante, debido a los gradientes de concentración que van desde el centro hasta la superficie del sólido. El punto D concierne al momento en que la película superficial inicial del líquido se ha evaporado hasta un contenido de humedad promedio del sólido (Keey, 1991).

La concentración de humedad del sólido decrece durante el secado de igual manera la rapidez del movimiento interno de la humedad. El punto E simboliza cuando el proceso de secado se detiene, dado que el contenido de humedad del sólido ha igualado el valor en el equilibrio z^* para la humedad del aire predominante (Keey, 1991).

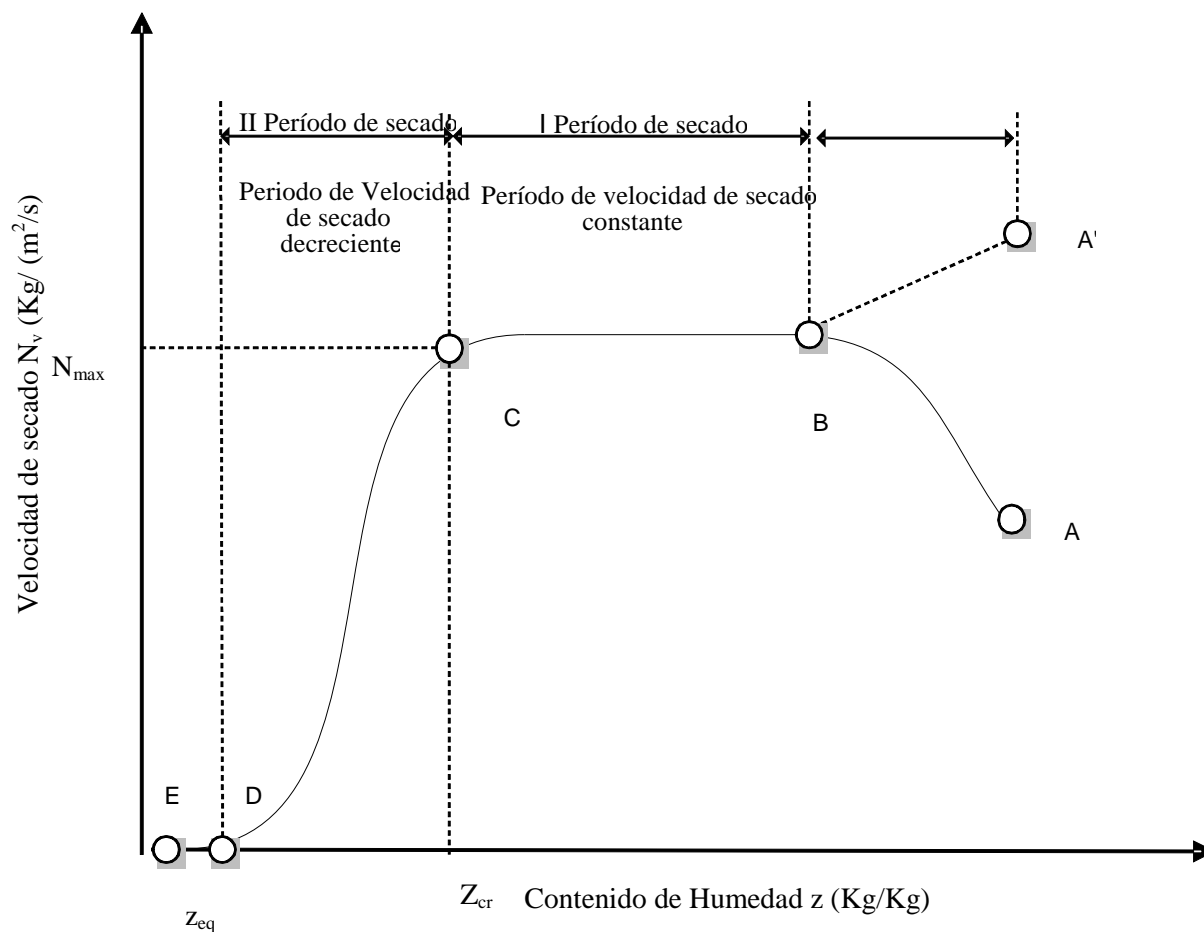


Figura 3. 4. Curva de velocidad de secado

3.5.2.3. Curva característica de secado

Según el método de Van Meel quien propuso en 1958, citado por Keey (1991), quien inicio el término de curva característica de secado, esta se puede representar bajo ciertas condiciones, un material que se desea secar presenta una sola curva que es característica indistintamente de las condiciones externas del proceso de secado.

Las ecuaciones propuestas por el método de Van Meel, describen el cálculo de la humedad característica (ϕ) que detalla el grado de humedad de un cuerpo con respecto al contenido

de humedad en el punto crítico también la velocidad relativa (f), donde se toma en consideración las propiedades termofísicas del material (Keey, 1991).

- Contenido de humedad característico para cuerpos no higroscópicos

$$\phi = \frac{Z}{Z_{cr}} \quad (3.25)$$

Donde z es el contenido de humedad del sólido y Z_{cr} es el correspondiente valor crítico.

- Contenido de humedad característico para cuerpos higroscópicos

$$\phi = \frac{Z - Z_{eq}}{Z_{cr} - Z_{eq}} \quad (3.26)$$

Donde Z_{eq} es el contenido de humedad en el equilibrio

- Velocidad relativa

$$f = \frac{N_v}{N_{max}} \quad (3.27)$$

Donde N_v es la velocidad de secado y N_{max} es la máxima velocidad obtenida experimentalmente.

En la figura 3.3. Al graficar f versus ϕ se obtienen diferentes curvas que se acercan a un comportamiento común aun a diferentes temperaturas. A esta curva se le realiza una función de ajuste para lograr la curva característica de secado (Keey, 1991).

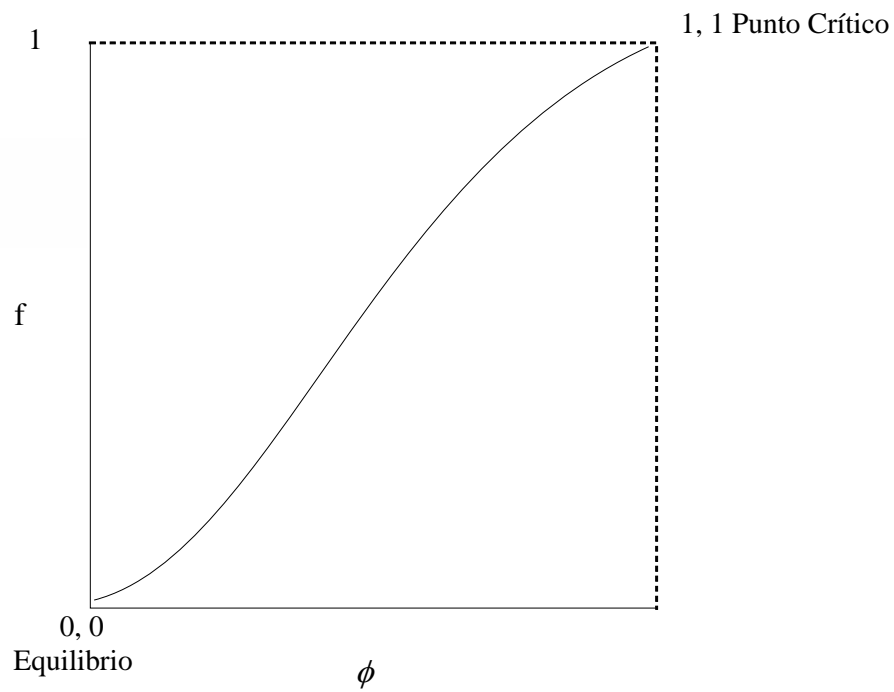


Figura 3. 5. Curva característica de secado

Una vez establecida la curva característica de secado es posible estimar velocidades de secado para cualquier condición al proceso de secado.

IV. MATERIAL Y MÉTODO

En este capítulo se describen los equipos, materiales y métodos, que comprende los experimentales y de cálculo, para realizar el estudio de equilibrio y cinética de la lixiviación así como también de la cinética de secado para la obtención de pasta de Achiote.

4.1. Material

4.1.1. Semilla y solvente

La semilla de achiote que fue utilizada es proveniente de unos cultivos del departamento de Carazo, municipio de la Trinidad.

Previamente la capsula fue triturada y tamizada para separar las semillas y esta fue expuesta al sol para obtener un contenido de humedad entre 1% a 6%, este rango va en dependencia de la frescura de la semilla y el tiempo de almacenamiento.

Se empleó como solvente agua potable para la lixiviación y obtención del extracto de achiote.

El extracto de achiote fue concentrado en un rotavapor para remover la mayor cantidad de solvente y obtener una suspensión bastante cargada de soluto, posteriormente se procedió a secar en el horno a 50°C durante 18 horas aproximadamente hasta obtener una pasta con humedad relativa de 8% a 10%.

4.2. Método

4.2.1. Descripción de los experimentos de lixiviación

4.2.1.1. Equipos para la obtención de datos de equilibrio de la lixiviación

Se necesitó una serie de datos en un rango de relaciones másicas, para construir el diagrama de solubilidad y la curva de distribución. Por esto se diseñó un sistema de agitación y temperatura controlada para ocho frascos erlenmeyer de 250 mililitros con tapones representados en la figura 4.1. La agitación se llevó a cabo en una plancha de agitación múltiple. La temperatura fue controlada con ayuda de un baño térmico, un recipiente adecuado para los ocho frascos erlenmeyer y una bomba trasegadora.

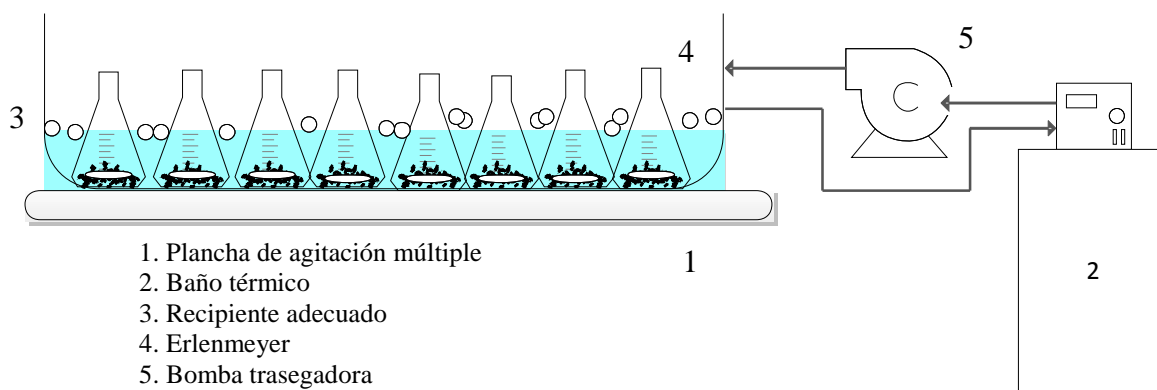


Figura 4. 1. Esquema del sistema para la obtención de datos de equilibrio de lixiviación

4.2.1.2. *Determinación diagramas de equilibrio de la lixiviación*

- Condiciones experimentales

Se realizó una serie de experimentos para alcanzar las condiciones de equilibrio y obtener extracto de achiote. Se trabajó a dos temperaturas, 50°C y 75°C, para construir el diagrama de solubilidad y la curva de distribución. Se seleccionaron estas temperaturas de trabajo ya que a una temperatura menor a 50°C, se requeriría mayor energía y tiempo para alcanzar el equilibrio y una temperatura mayor a 75°C podría presentar posible degradación de los principios activos.

La relación másica (solvente-sólido) se determinó tomando en cuenta adicionar suficiente líquido para cubrir el sólido. La relación másica solvente-sólido utilizada fue de 7:1.

- Descripción de los experimentos

Con los experimentos realizados en cinética se estimó el tiempo para alcanzar el equilibrio.

Para determinar la composición máxima de soluto en el extracto (x_o), se realizaron experimentos que consistieron en colocar dos erlenmeyers con sólido y solvente fresco durante 72 horas en un sistema agitado, las primeras 24 horas en un baño ultrasónico, cambiando el solvente cada 4 horas, las siguientes 36 horas en un hotplate cambiando el solvente cada 24 horas. Donde se obtuvo un valor máximo de soluto en la semilla de 0.32. Por lo tanto las concentraciones de los extractos de trabajo fueron menores.

Para realizar los experimentos de equilibrio, previamente se preparó una cantidad de extracto en el sistema de extractores de vidrio encaquetado de 4 litros se determinó la concentración de soluto en el extracto, y se prepararon los diferentes extractos de relaciones másicas de soluto (Y_{so}) para los ocho erlenmeyers donde se colocó una masa (D) de estos extractos (aproximadamente 175 g) y (F) gramos de semilla fresca (alrededor de 24 g) con una concentración (x_o). A continuación se introdujo el magneto, se colocó el tapón y se selló con cintas de parafina. Los frascos se mantuvieron a temperatura constante en el baño térmico durante 6 horas.

Al finalizar el experimento, se separó la semilla del extracto por filtración. Para determinar la relación másica de soluto en el extracto (Y_s) se pesó la masa de extracto (m_{ext}); para determinar la masa de refinado se pesaron las semillas húmedas (R). Luego ambas muestras de semillas húmedas y extracto se introdujeron en el horno para determinar la cantidad de masa de sólido seco (sólido insoluble más soluto remanente), (R_{seco}) y la masa de soluto (m_s) obtenido respectivamente. A través de balances de masas, se calcularon, las relaciones de soluto, (X_s), y de sólido insoluble, (X_i). La masa de sólido insoluble en el extracto fue de cero, dado que se separó completamente el sólido insoluble del extracto (Y_i), por lo tanto Y_i siempre fue cero.

- Evaluación de los experimentos

Estos experimentos se evaluaron de la siguiente manera; para calcular la relación másica de soluto en el extracto (Vallecillo, 2001), se aplica la ecuación:

$$Y_s = \frac{m_s}{m_{ext}} \quad (4.1)$$

Para calcular la masa de sólido insoluble:

$$m_i = F(1 - x_0) \quad (4.2)$$

La masa de soluto en el refinado se obtuvo restando la masa de sólido insoluble a la masa de sólido seco:

$$m_s = R_{seco} - m_i \quad (4.3)$$

Entonces la masa de solución en el refinado se calculó restando la masa de sólido insoluble a la masa de refinado:

$$m_d + m_s = R - m_i \quad (4.4)$$

La relación másica de sólido insoluble en la masa de solución del refinado y la masa de sólido seco en la masa de solución del refinado se obtuvo combinando las ecuaciones (4.2) y (4.4) y las ecuaciones (4.3) y (4.4) respectivamente para obtener:

$$X_i = \frac{F(1 - x_0)}{R - m_i} \quad (4.5)$$

$$X_s = \frac{R_{seco} - m_i}{R - m_i} \quad (4.6)$$

Se asumió que no existe sólido en el extracto por lo tanto la relación másica de sólido insoluble en el extracto $Y_i=0$, la línea de flujo superior fue el eje de las abscisas.

- Construcción diagramas de equilibrio

Obtenidas las cuatro relaciones másicas descritas anteriormente (X_i , X_s , Y_i , Y_s) se graficaron los datos experimentales en coordenadas rectangulares.

Para obtener la línea de flujo inferior con datos de X_i contra X_s y Y_i contra Y_s y la curva de distribución de X_s versus Y_s , se hizo el ajuste seleccionando ecuaciones polinomiales, para representar el comportamiento de acuerdo con la teoría.

4.2.1.3. Equipos para la obtención de datos de cinética de la lixiviación

Para graficar la curva de cinética se trabajó en un sistema de extractores de vidrio enchaquetados de 4 litros, según se muestra en la figura 4.2. El extractor 1 se utilizó para llevar al solvente a la temperatura en estudio con ayuda de un baño térmico. Al extractor 2 se le colocó una tapa con un agitador trabajando a 550 rpm y una tubería de teflón, para la extracción de muestras con una jeringa de 3 milímetros con precisión de 0.1 milímetros. El sólido se introdujo directamente en el extractor 2.

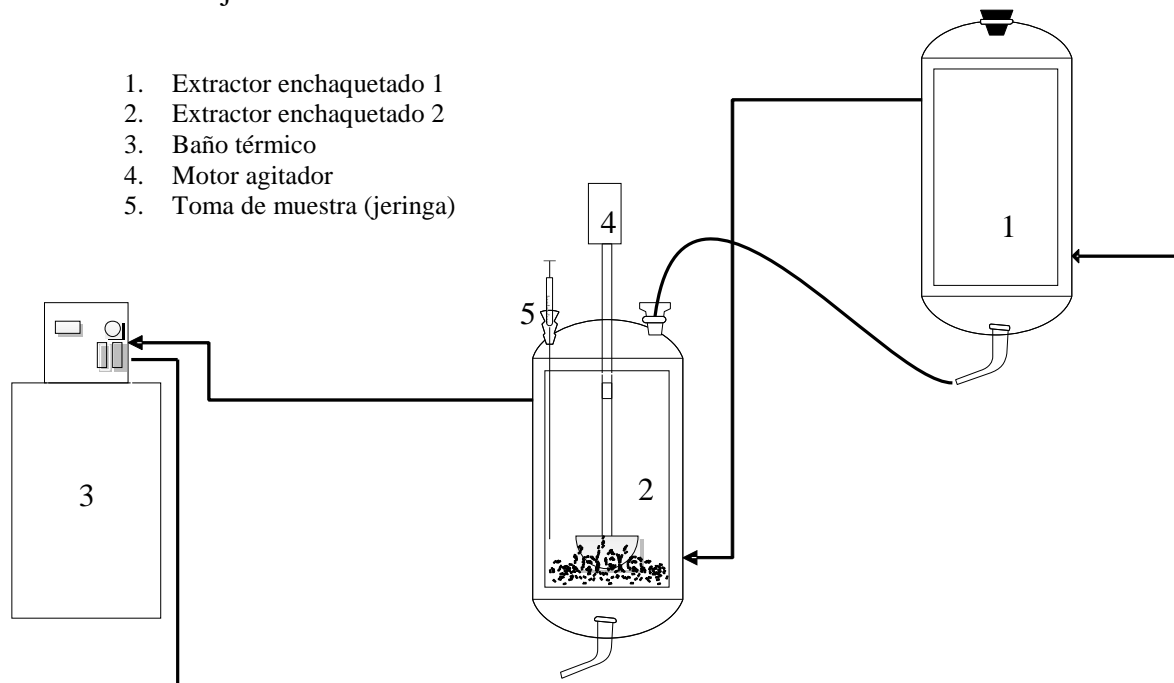


Figura 4. 2. Esquema del equipo para la obtención de datos de cinética de Lixiviación

4.2.1.4. Determinación curvas de cinética de la lixiviación

- Condiciones experimentales

El sistema se trabajó a dos diferentes temperaturas al igual que los experimentos de equilibrio 50°C y 75°C y la relación másica es de 7:1.

- Descripción de los experimentos

Se realizó una serie de experimentos preliminares para determinar la relación másica, la temperatura de trabajo, el tiempo de duración de los experimentos y la forma de separar las semillas del extracto.

Se depositó directamente en el extractor 1 de 3000 a 3500 gramos de solvente (agua purificada) se registró la masa (D) con ayuda del baño térmico se sometió a calentamiento hasta alcanzar la temperatura de trabajo. En el extractor 2 se depositaron directamente las semillas frescas de achiote 450 gramos se anotó la masa (F). Una vez alcanzada la temperatura de trabajo del extractor 1 con ayuda de una tubería se transfirió el solvente del extractor 1 al extractor 2. En ese momento se dio inicio al tiempo y monitoreo de la concentración. Considerándolo como el tiempo cero.

Cada cierto intervalo de tiempo ya definido, se tomaron muestras de extracto de 0.5 mL a 3 mL y se registró su masa (m_{ext}). Estas muestras se depositaron en recipientes pequeños de vidrio, se colocaron en una bandeja, se introdujeron en el horno y se evaporó el solvente, se anotó la masa de soluto (m_s) para determinar la concentración de soluto en el extracto Y'.

Una vez el experimento finalizó, se sacó todo el líquido del extractor y se pesó para registrar la masa de extracto total (E).

Las semillas se sacaron del extractor con ayuda de un recipiente adecuado y se dejaron reposar en una bandeja metálica, este se introdujeron en el horno para conocer la masa de sólido removido (S).

- Evaluación experimental

Para el análisis de la cinética en la lixiviación, se tomaron como referencia el trabajo de Vallecillo, 2001; donde se usó la fracción de soluto remanente en el sólido. En este gráfico se incluyó una línea horizontal que representa el valor de la fracción de soluto remanente cuando se alcanza el equilibrio ideal.

Para calcular la densidad se realizó de la siguiente manera:

$$\rho_{\text{ext}} = \frac{m_{\text{ext}}}{\text{volumen de jeringa}} \quad (4.7)$$

A continuación se calculó la relación másica de soluto en la muestra de extracto dispensada en las jeringas:

$$Y' = \frac{m_s}{m_{\text{ext}}} \quad (4.8)$$

Para calcular la concentración de soluto en el sólido, la concentración inicial de soluto en las semillas que se consideró fue el total removido de la lixiviación en una sola etapa.

$$x'_0 = \frac{S}{F} \quad (4.9)$$

La concentración promedio de soluto en el sólido fue:

$$X' = x'_0 - \frac{D}{F} Y' \quad (4.10)$$

Para calcular la fracción de soluto remanente X'/X'_0 se obtuvo:

$$\frac{X'}{x'_0} = 1 - \left[\left(\frac{D}{F} \right) \left(\frac{Y'}{S/F} \right) \right] \quad (4.11)$$

Esta fracción se graficó con respecto al tiempo y de esta manera se obtuvo la curva que representa la velocidad con la que se alcanzaría el equilibrio.

Si el contacto se permite por suficiente tiempo y no hay absorción de soluto en el sólido el sistema alcanzaría el equilibrio ideal.

Para calcular las relaciones de concentración en el equilibrio, de soluto en el extracto y concentración de soluto en sólido se obtuvo de la siguiente manera:

$$Y'_{\text{ideal}} = \frac{F x_0}{(F x'_0 + D)} \quad (4.12)$$

$$X'_\infty = x'_0 - \frac{D}{F} Y'_{\text{ideal}} \quad (4.13)$$

4.2.2. Descripción de los experimentos de secado

4.2.2.1. Equipos para la obtención de datos de la curva característica de secado

En un secador de túnel para un secado convectivo se realizaron los experimentos, como se observa en la figura 4.3. El equipo funciona atrapando aire del ambiente circundante con ayuda de un ventilador, este pasa a través de una columna de adsorción que esta relleno de sílica gel para atrapar el contenido de humedad del aire. Una vez el aire seco pasa a ser calentado por la resistencia eléctrica que es ajustada a la temperatura de trabajo. La muestra que se quiere secar se coloca en una bandeja de teflón, una vez se ha alcanzado la

temperatura de trabajo del gas esta se coloca en la sección de prueba que está conectado a una balanza analítica para registrar las variaciones de masa con respecto al tiempo que estos son filmados con una cámara para su posterior extracción.

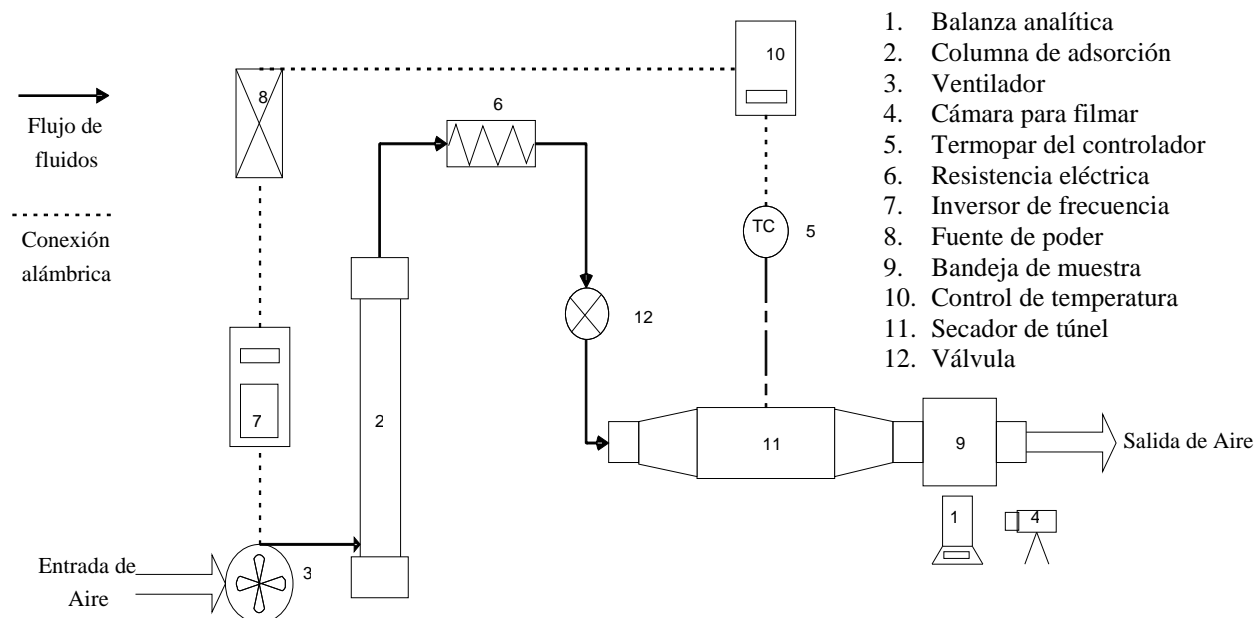


Figura 4. 3. Secador de túnel

Un día antes a cada experimento se debe de regenerar la sílica gel que está contenida en la columna de adsorción. Esto para garantizar la remoción de la humedad del material desecante. Utilizando las resistencias eléctricas que calienta el flujo de aire que el ventilador atrapa, este aire entra a la torre, arrastra la humedad contenida en la sílica gel y sale al medio ambiente. La regeneración se termina cuando la humedad relativa del aire saliente es menor al 5%.

4.2.2.2. Determinación curva característica de secado

- Condiciones experimentales

Las condiciones de operación que se pueden variar son la temperatura y la velocidad del gas. Tomando en cuenta las propiedades fisicoquímicas del material y del aparato experimental se establecieron tres valores de temperatura de 50°C, 60°C y 75°C esto con el fin de llevar trazabilidad en el tratamiento térmico del producto. La velocidad del gas que se definió fue la máxima que permite el equipo que es de 0.93m/s.

- Descripción de los experimentos

Para obtener una muestra de sólido, previamente se preparó 3.5 L de extracto de achiote en el sistema de extractores de vidrio enchaquetado de 4 litros, con 500 g de semilla de achiote

fresca y 3500 mL de agua potable; el extracto se concentró en un rotavapor hasta remover 2.5 L de solvente, se procedió a depositar el extracto en una bandeja de aluminio y seguidamente a secar en el horno a 50°C durante 18 horas aproximadamente hasta obtener una humedad de 8% a 10%.

La muestra de sólido se depositó en una placa rectangular de teflón con dimensiones de 11 cm de largo y 3 cm de ancho. Se registró el peso de la placa y la muestra de sólido. Una vez se alcanzaron las condiciones experimentales del equipo, la placa que porta la muestra se colocó en el secador de tal manera que queda expuesta a las condiciones requeridas para cada experimento, este está conectado a la balanza analítica que registra los valores de masa que fueron almacenados en la cámara de video.

- Evaluación experimental

Para representar la cinética de secado, se sigue el procedimiento, donde los datos registrados durante los experimentos permitieron generar las curvas de secado, las curvas de velocidad de secado y la curva característica que revelan la cinética.

Para la construcción de cada curva se determinó según la metodología empleada por Losano Blass (2009) de la siguiente manera:

- Construcción curva de secado

Por medio de la filmación, con ayuda de la cámara, y el registro de la variación de masa total del sólido húmedo con respecto al tiempo en la balanza analítica, se calculó z , para cada valor de m_w tomando la ecuación (3.22).

Para construir la gráfica correspondiente a la figura 3.3, se realizó graficando z que corresponde al contenido de humedad contra t que corresponde al tiempo en segundos.

- Construcción curva de velocidad de secado

Según la ecuación (3.24) se calculó la velocidad de evaporación N_v .

Para construir la gráfica correspondiente a la figura 3.4, se realizó graficando z con respecto a N_v .

- Construcción curva característica de secado

Utilizando la ecuación (3.27), para cada curva de secado se calculó la velocidad relativa, esta se graficó en función del contenido característico de humedad y para finalizar la curva dada se ajusta para obtener la curva característica de secado.

Para construir la curva característica de secado correspondiente a la figura 3.5, se realizó graficando f que corresponde a la velocidad relativa versus ϕ que corresponde al contenido de humedad característico (Mendieta y Picado, 2002)

V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1. Introducción

Con el objetivo de llevar a cabo el análisis de equilibrio y cinética de la lixiviación de la semilla de achiote, así como también el análisis de la cinética de secado de la pasta de achiote en función de la influencia de la temperatura para ambas operaciones, se realizaron diferentes experimentos de acuerdo a la descripción en la sección 4.

Los datos experimentales obtenidos en el estudio de equilibrio de lixiviación una vez procesados, permitieron calcular la relación másica de soluto en el extracto y en el refinado (Ecuación 4.1 y 4.6) y las relaciones de sólido insoluble tanto en el refinado como en el extracto (Ecuaciones 4.2 a 4.6). Seguidamente se construyeron los diagramas de equilibrio tal como se explicó en la sección 4.2.1.3. Los resultados se muestran en el Apéndice B.

Como resultado de los experimentos de cinética de lixiviación se obtuvieron la relación de soluto en el extracto (Ecuación 4.8), la relación de soluto en el refinado (Ecuación 4.10) estos valores proporcionaron la fracción de soluto remanente en el sólido (Ecuación 4.11) a diferentes tiempos. Los resultados de los experimentos se presentan en el Apéndice C.

Al procesar los datos de los experimentos obtenidos de cinética de secado, permitieron desarrollar las curvas de secado y curvas de velocidad de secado. Estas curvas fueron desarrolladas y agrupadas convenientemente para estudiar la influencia de la temperatura sobre la cinética de secado de la pasta de achiote. Incluye también el planteamiento de un modelo matemático que aplicado adecuadamente genera la función empírica conocida como curva característica de secado, se desarrolló con variaciones de la temperatura y se obtuvo una curva generalizada independientemente de la variación de la temperatura.

5.2. Resultados de los experimentos de equilibrio de lixiviación

En la selección de la temperatura de trabajo se tomó en consideración no tomar una temperatura menor a 50°C ya que este aumentaría la cantidad de tiempo y energía requerida para alcanzar el equilibrio, una temperatura mayor a 75°C aunque por la tendencia observada de que al aumentar la temperatura incrementa la solubilidad, esta podría afectar la calidad de los principios activos del producto; no se optó por una temperatura intermedia entre estas ya que a 75°C se observaron mejores resultados con respecto a la solubilidad y el tiempo requerido para alcanzar el equilibrio; para un posible escalamiento una temperatura intermedia representaría mayor tiempo de contacto, incrementando los costos de energía aunque sea una temperatura menor a 75°C.

En la figura 5.1 se muestra el diagrama de equilibrio obtenido a 50°C y en la figura 5.2 se muestra el diagrama de equilibrio obtenido a 75°C. Al comparar los resultados obtenidos para ambos sistemas se observa que ninguno de los dos coincide con los diagramas descritos en la teoría.

En la preparación de los extractos en el sistema de reactores enchaquetados, se observa que al final de la extracción queda soluto adherido al sólido insoluble. En consecuencia, las relaciones másicas (Y_{so}) mayores estuvieron alrededor de (0.029) como se muestra en el apéndice B, valor muy por debajo de la concentración de soluto en el extracto máxima que se puede obtener teóricamente ($Y_{s \text{ máxima}}$) (0.26) como se muestra en el apéndice A.

En la tabla B.1 y B.2 se pueden apreciar en los datos calculados, las diferencias de extractos al inicio y al final (Y_{so} y Y_s) para 50°C, observándose un aumento en la cantidad de soluto removido a medida que la concentración de soluto en el extracto al inicio (Y_{so}) disminuye, lo que quiere decir que a menor concentración de soluto mayor cantidad de soluto removida a 50°C.

En la tabla B.3 y B.4 en los datos calculados para las concentraciones de extracto al inicio y al final (Y_{so} y Y_s) de los experimentos para 75°C, se observa una concentración de soluto removida en el extracto al final (Y_s) prácticamente igual indistintamente de la concentración de soluto en el extracto al inicio ($Y_s - Y_{so}$), es decir esta no varía al agregar mayor o menor concentración con respecto a la cantidad de soluto removida a 75°C.

Al comparar los resultados obtenidos en el sistema de equilibrio para 50°C y 75°C, se puede inferir que el aumento de la temperatura de extracción incrementa la solubilidad del soluto y por tanto las relaciones másicas de soluto en el extracto (Y_s).

Al analizar el diagrama de solubilidad para 50°C, figura 5.1a; la relación de sólido insoluble en el refinado (X_i) muestra una tendencia leve a aumentar a medida que aumenta la relación de soluto en el extracto (Y_s) y la relación de soluto en el refinado (X_s). Este fenómeno puede ser debido a que el sólido humedecido, tiende a hincharse lo que quiere decir que hay absorción del extracto por el sólido insoluble.

En el diagrama de solubilidad para 75°C, figura 5.2a; la relación de sólido insoluble (X_i) se mantiene prácticamente constante indistintamente aumente o disminuya la concentración de soluto en el extracto (Y_s) y la relación de soluto en el refinado (X_s) tiende a aumentar a medida que la concentración de soluto (Y_s) aumenta.

Al comparar las líneas de flujo inferior de los diagrama de solubilidad para ambas temperaturas figura 5.1a y figura 5.2a, a 75°C hay una tendencia leve de la relación de insoluble en el refinado (X_i) a disminuir, lo que puede ser debido a la absorción preferente a 75°C por el solvente.

Al evaluar las curvas de distribución figura 5.1b y figura 5.2b, no hay ninguna tendencia que se asemeje o tienda con respecto a la línea de 45°; la literatura solo muestra ejemplos donde las curvas de distribución están sobre la línea de 45° o por encima de ella. Este comportamiento puede ser atribuido a la absorción por el sólido insoluble.

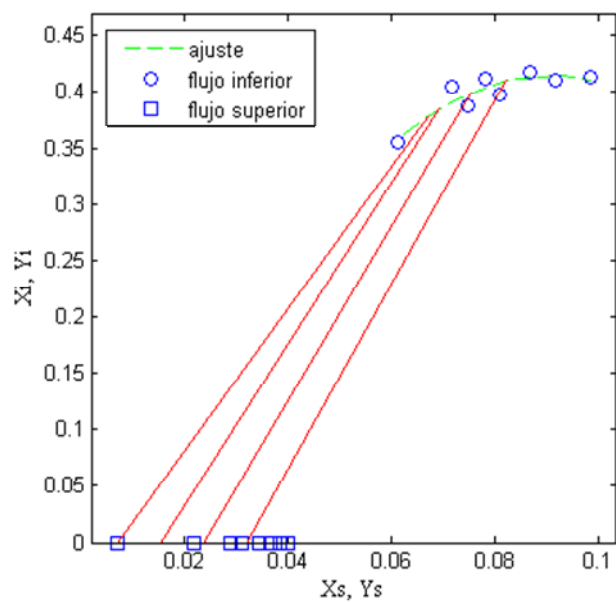
- a 50°C figura 5.1b, se encuentran los puntos dispersos por encima de la línea de 45°, indican que la relación de soluto en el refinado o en el sólido insoluble (X_s), es mayor que la relación de soluto en el extracto (Y_s) el soluto es absorbido preferencialmente por el sólido insoluble.

- a 75°C figura 5.2b, los puntos se encuentran dispersos por debajo de la línea de 45°, esto significa que hay absorción preferencial del disolvente por el sólido insoluble, lo cual favorece la extracción.

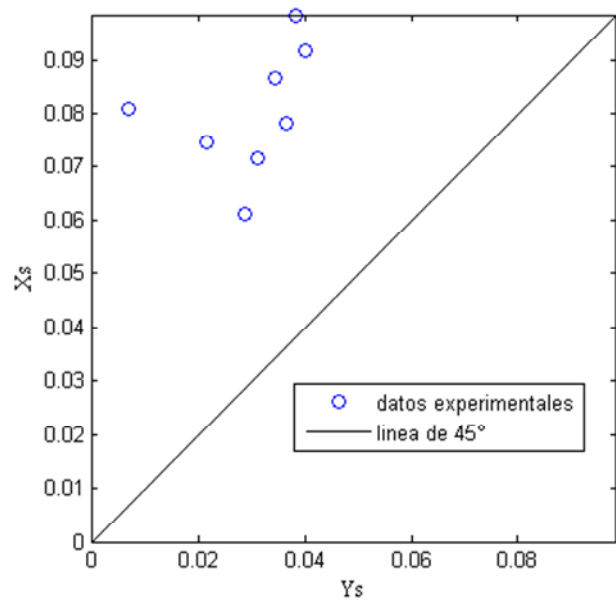
Las líneas de unión no son verticales, lo que puede ser resultado de un tiempo de contacto insuficiente, causando una disolución incompleta del soluto.

La línea del flujo inferior para ambas temperaturas es casi recta y horizontal, la cantidad de líquido asociado con el sólido en la suspensión es casi constante para cualquier concentración. Esto significa que la velocidad de líquido del flujo inferior será constante en todas las etapas, y lo mismo sucederá con la corriente de derrame.

Con las tendencias observadas, se puede asociar el aumento la temperatura con la disminución del efecto de la absorción del soluto por el sólido insoluble y que al aumentar la relación de soluto en el extracto al inicio (Y_{so}) se obtiene mayor concentración de soluto en el extracto al final (Y_s) pero debido al efecto de la absorción hay mayor retención de soluto en el refinado (X_s) a la temperatura más baja que fue de 50°C.

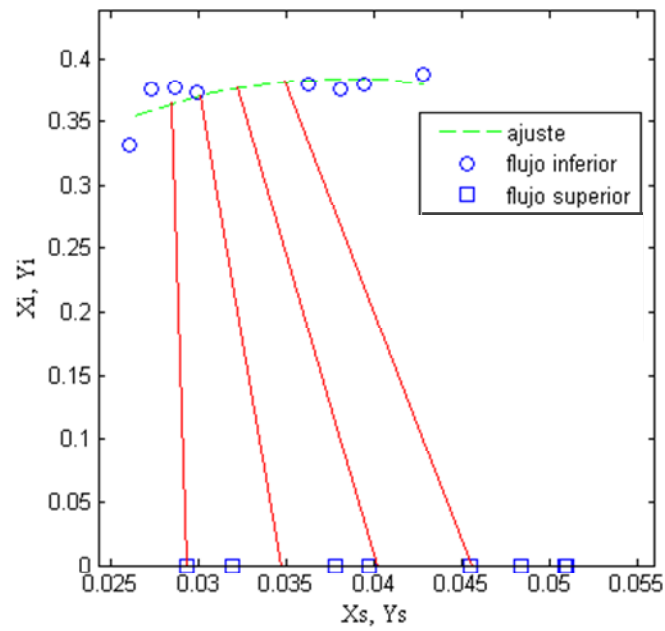


(a) Diagrama de solubilidad

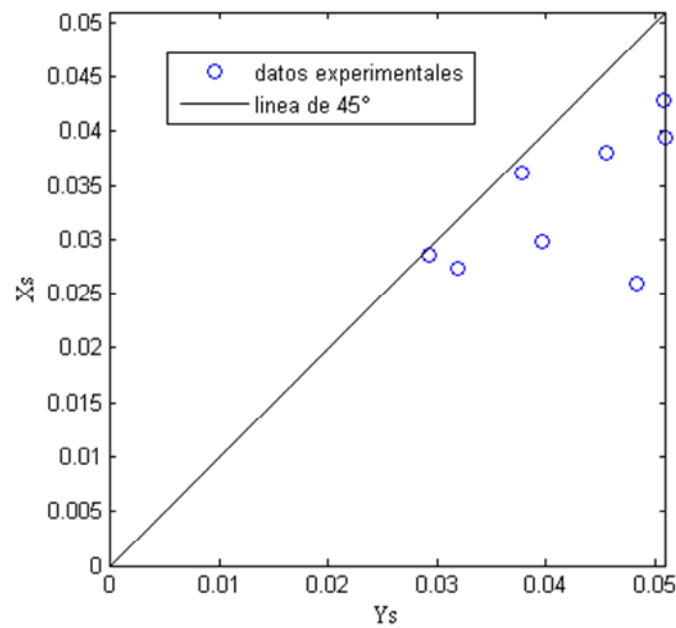


(b) Curva de distribución

Figura 5. 1 Diagrama de equilibrio para el sistema agua-extracto de achiote –semilla de achiote a 50°C



(a) Diagrama de solubilidad



(b) Curva de distribución

Figura 5. 2 Diagrama de equilibrio para el sistema agua-extracto de achiote- semilla de achiote a 75°C

5.3. Resultados de los experimentos de cinética de lixiviación

Para seleccionar el solvente óptimo se realizaron una serie de experimentos preliminares en un sistema agitado que consistieron en ensayar con diferentes solventes como fue con solución de Hidróxido de sodio al 2%, etanol 96%, también se realizaron ensayos relación etanol-agua de 80:20, 60:40, 50:50 y 40:60 y agua. Los resultados obtenidos en la solución alcalina, se observó un cambio en la coloración del extracto a café, atribuyendo que ocurrió una reacción química pudiendo ser oxidación, afectando la calidad del producto, por lo que se descartó este solvente, además del tratamiento químico que se le tendría que dar independiente al uso final que se le dé, encareciendo el producto; entre los rendimientos del uso de etanol y agua; no hubieron hallazgos de mejor rendimiento entre el uno y el otro; por lo que se optó por el solvente más común y barato, agua.

En la figura 5.3 se muestra la curva de extracción del sistema agua-extracto de achiote-semilla fresca a 50°C y 75°C. Para ambas temperaturas, se observa que en los primeros momentos del contacto se retira alrededor del 5% del soluto de la semilla de achiote, ópticamente se ve un indicio de un proceso de lavado de soluto casi instantáneo por la decoloración observada, pero por la concentración de soluto no hay un lavado de soluto efectivo.

Para ambas curvas en los primeros 20 minutos se extrae aproximadamente el 17% del soluto. Luego hay una separación de las curvas; la curva de 50°C desciende lentamente hasta alcanzar un valor de fracción de soluto de achiote remanente de 0.5361, mientras que la curva de 75°C baja con mayor rapidez hasta alcanzar un valor de 0.3036. Posteriormente, ambas curvas tienden a mantener un valor constante, alejado de la línea del equilibrio ideal. Siendo la curva de 75°C la que mayor se aproxima a esta.

Al analizar el comportamiento de las curvas respecto a la temperatura, se puede notar que se obtienen valores menores de fracción de soluto de extracto de achiote remanente a 75°C. Lo cual implica que la velocidad de extracción aumenta con la temperatura. Obteniendo a 75°C la mayor cantidad de soluto removido de la semillas durante el mismo periodo de tiempo de 400 minutos para ambas temperaturas.

Al trabajar por tiempos prolongados en la extracción de soluto se observó que por interacción mecánica entre las semillas, el aspa de agitación y el recipiente facilitaba el desprendimiento de soluto, ya que este se encuentra superficialmente; la agitación mecánica produjo el rápido movimiento de grandes masas de fluido, o remolinos, característicos del flujo turbulento, que acarreo a la semilla consigo. Este método de transferencia de soluto se conoce como difusión de remolino o turbulento. Dentro de cada remolino, por pequeño que sea, la uniformidad se alcanza por difusión molecular.

También se observó que el soluto es fácilmente adherible al teflón, material del que estaba constituido el aspa de agitación, sin embargo no teniendo inconvenientes con aluminio y vidrio característica que se le puede atribuir a la untuosidad del soluto y la fuerza de atracción que se crea en la superficie del teflón debido a que ambos materiales poseen una capa impermeable en la superficie, no teniendo esta fuerza de atracción para el vidrio y el aluminio.

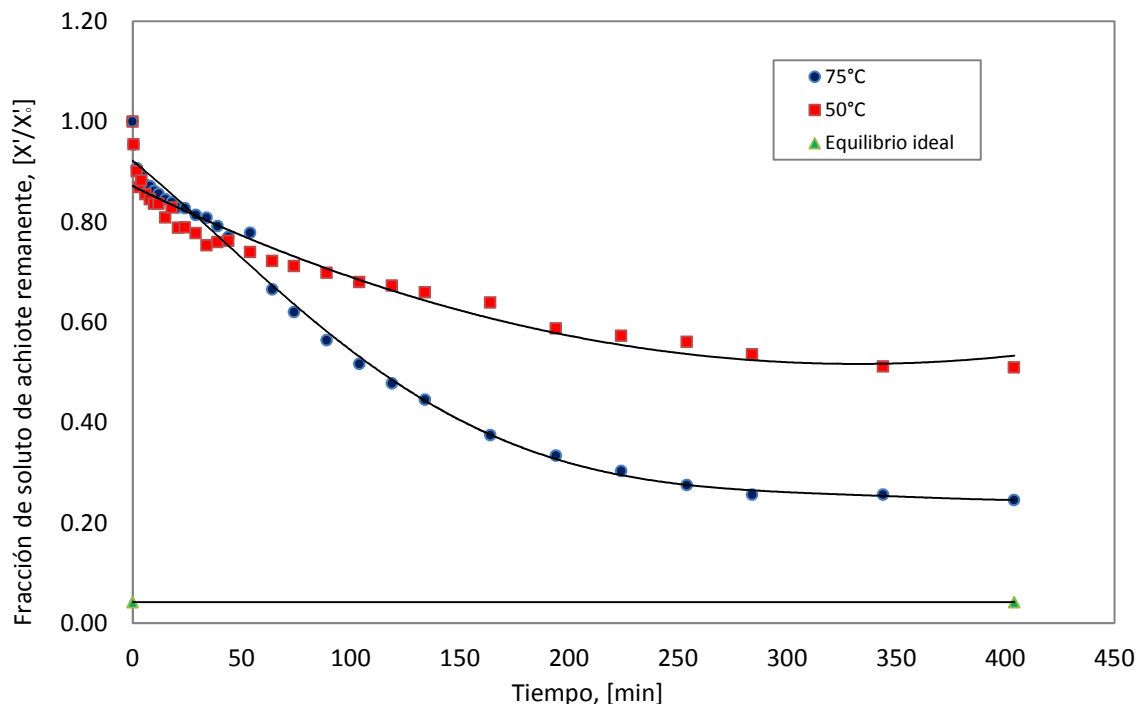


Figura 5. 3 Curva de lixiviación para el sistema agua-extracto de achiote-semilla de achiote a 50°C y 75°C.

5.4. Resultados de los experimentos de cinética de secado

En las figuras de la 5.4 a 5.6 se muestran las curvas de secado (a) y las curvas de velocidad de secado (b) obtenidas a 50°C, 60°C y 75°C.

En las curvas de secado (5.4a, 5.5a, 5.6a) se aprecia que el tiempo de secado casi no cambia al variar la temperatura, las curvas de 50°C y 60°C (figura 5.4a y 5.5a respectivamente) tienen un tiempo de secado similar, a 75°C (figura 5.6a) se observa un tiempo de secado ligeramente más corto, el cambio de la temperatura tuvo un efecto pequeño, aún cuando la fuerza impulsora incremento.

El motivo de que no se observe una variabilidad apreciable de la temperatura con respecto al tiempo se debe a que la humedad que presenta este material es la humedad ligada y se forma una capa impermeable en la superficie creando resistencia a la transferencia de masa además que la humedad no ligada contenida o superficial estuvo en un rango de 5% a 10%, siendo un rango de humedad relativa bajo.

Tratándose de un cuerpo no higroscópico y tomando como referencia que el aire usado estaba completamente seco, el contenido de humedad en el equilibrio (z_{cr}) es cero, por lo que se usó la ecuación (3.25) para determinar el contenido característico de humedad ().

En las curvas de velocidad de secado (figura 5.4b, 5.5b, 5.6b) al comparar estos resultados con los descritos en la teoría en el capítulo 3, con la figura 3.4, estos no presentan un período de velocidad constante para las diferentes temperaturas de trabajo, desde el inicio se observa un período de velocidad decreciente en el rango de contenido de humedad de 0.1 a 0.4 aproximadamente se observa un pseudo período constante pero no se puede estimar este como el periodo de velocidad constante ya que el comportamiento en mayor proporción es decreciente hasta llegar a un valor de velocidad de secado de $0.005 \text{ Kg/m}^2\text{s}$ aproximadamente.

Si el sólido no es poroso, el agua separada durante este período es básicamente agua situada sobre la superficie del sólido. En un sólido poroso, la mayor parte de agua separada durante el período de velocidad constante corresponde a la existente en el interior del sólido.

Cuando intervienen transmisión de calor y transferencia de materia, el mecanismo del secado depende de la naturaleza de los sólidos y del método de contacto entre los sólidos y el gas. Existen tres tipos de sólidos: cristalinos, porosos y no porosos.

Las partículas cristalinas no contienen líquido interior y el secado tiene lugar solamente en la superficie del sólido. Un lecho de tales partículas puede considerarse, como un sólido altamente poroso. Los sólidos verdaderamente porosos, tales como pastillas de catalizadores, contienen líquido en el interior de los poros. Los sólidos no porosos comprenden geles coloidales tales como pastas, sólidos celulares densos tales como madera y cuero, y muchos otros materiales poliméricos.

En materiales porosos la humedad es más fácil de remover debido a que hay una mayor área expuesta al contacto del aire seco a través de los poros, facilitando la transferencia de masa como se explica en el capítulo 3, acápite 3.5.2.2. Mientras que en materiales con humedad no ligada baja, no poroso y forma una capa impermeable en la superficie, como en el caso de la pasta de achiote, este posee cierta resistencia, predominando el período de calentamiento decreciente que es el que se observa en las curvas de velocidad de secado de este estudio y no tenga un periodo de velocidad constante.

Para desarrollar la curva característica de secado de la pasta de achiote, se aprovecharon las curvas experimentales de velocidad de secado, mostradas en la figura 5.7. Debido a que no existe un periodo de velocidad constante, se desconoce el valor real del contenido de humedad crítico (z_{cr}) y de velocidad máxima alcanzada (N_w) por lo que se tomaron los máximos valores de estos parámetros que para 50°C (figura 5.4b) el valor máximo alcanzado está un poco por encima de $0.015 \text{ Kg/m}^2\text{s}$ en cambio a 60°C y 75°C (figura 5.5b, 5.6b respectivamente) tienen valores entre $0.025 \text{ Kg/m}^2\text{s}$ y $0.03 \text{ Kg/m}^2\text{s}$, los cuales fueron empleados en la determinación de la velocidad relativa de secado (f), y el contenido característico de humedad ().

En el caso de materiales que presentan únicamente el período de velocidad decreciente, el valor de la velocidad de secado máxima (N_w) y contenido de humedad crítico (z_{cr}) se consideran como los puntos máximos de la curva.

La figura 5.7 muestra la curva característica de secado correspondiente a las curvas de velocidad de secado a 50°C, 60°C y 75°C utilizando las ecuaciones (3.25) y (3.27).

La curva característica de secado generalizada se ajusta comúnmente a una función matemática que pueda ser lineal, exponencial o polinomial. El comportamiento descrito por las curvas de velocidad de secado obtenidas en este estudio sugiere un ajuste resultante de un polinomio de séptimo orden:

$$f = 38.6021\phi^7 - 151.3324\phi^6 + 2.498264\phi^5 - 227.0329\phi^4 + 121.5851\phi^3 - 35.6428\phi^2 + 5.0118\phi$$
$$r^2 = 0.985$$

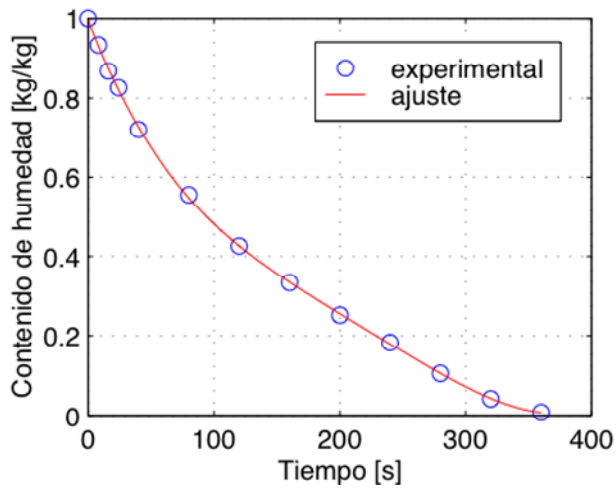
Donde f y ϕ son las variables descritas con las ecuaciones 3.25 y 3.27 respectivamente.

En base al comportamiento en la curva característica de secado y la naturaleza del material obtenido para el escalamiento o diseño de un secador a nivel de planta piloto o industrial queda abierta la propuesta para el diseño en este paso de un secador por aspersión o un secador de tambor siendo este último un secado por conducción y no por convección como en el secador por aspersión.

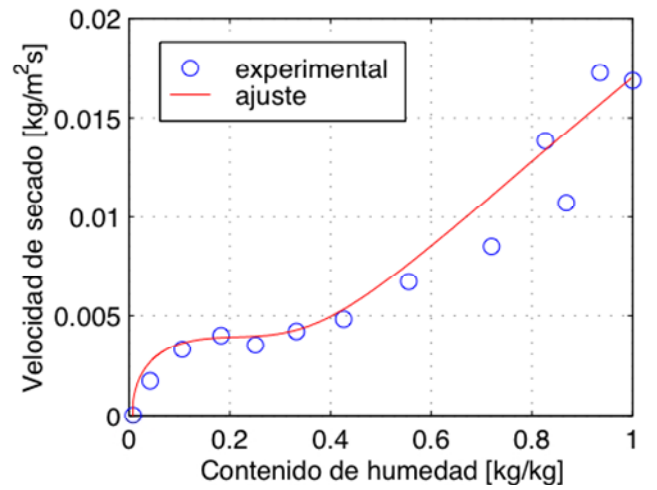
Los secadores de tambor son adecuados para procesar suspensiones o pastas de sólidos finos, así como soluciones verdaderas. El tambor funciona en parte como evaporador y en parte como secador.

Un secador de tambor consta de un tambor de metal calentado, en cuyo exterior se evapora una capa delgada de un líquido o una suspensión hasta que se seca. El sólido seco final se le raspa al tambor, que gira lentamente. Este último proceso está adecuado al tipo de material debido que la pasta es fácilmente adherible, lo que el raspado puede favorecer a cantidades mínimas de pérdida de producto.

Sin embargo en un secador por aspersión, un líquido o una suspensión se atomiza o se roela en una corriente de gas caliente para obtener una lluvia de gotas finas. El agua se evapora de dichas gotas con rapidez, y se obtienen partículas secas de sólido que se separan de la corriente de gas. Las gotas finas se forman al introducir el líquido en toberas de atomización o discos giratorios de rociado de alta velocidad en el interior de una cámara cilíndrica. Los sólidos secos salen por el fondo de la cámara a través de un transportador de tornillo. Las partículas que se obtienen son muy ligeras y bastante porosas. La leche en polvo se obtiene mediante este proceso.

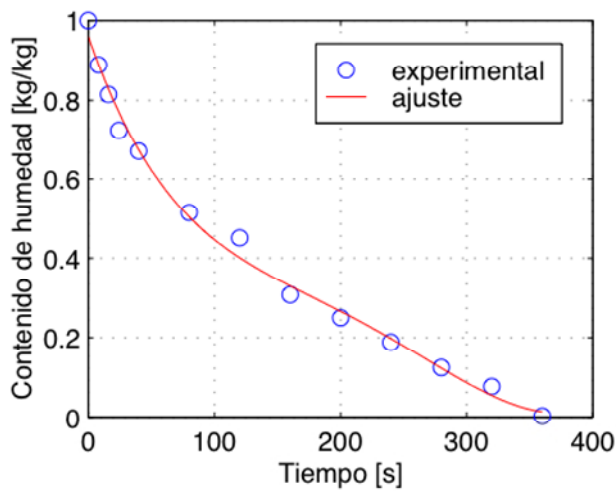


(a) Curva de secado

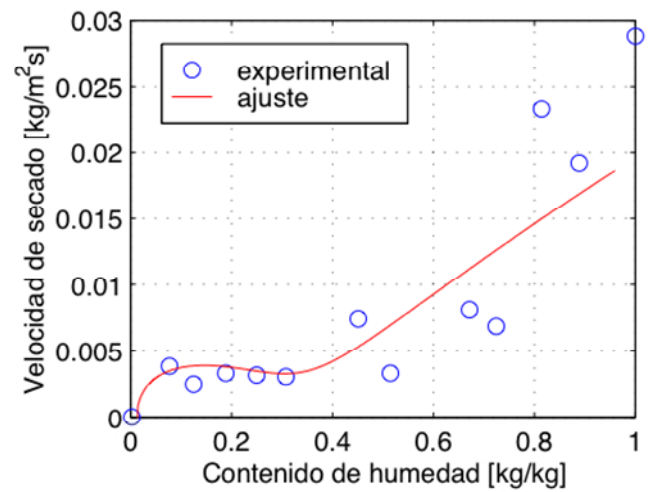


(b) Curva de velocidad de secado

Figura 5. 4 Curva de secado y curva de velocidad de secado a 50°C

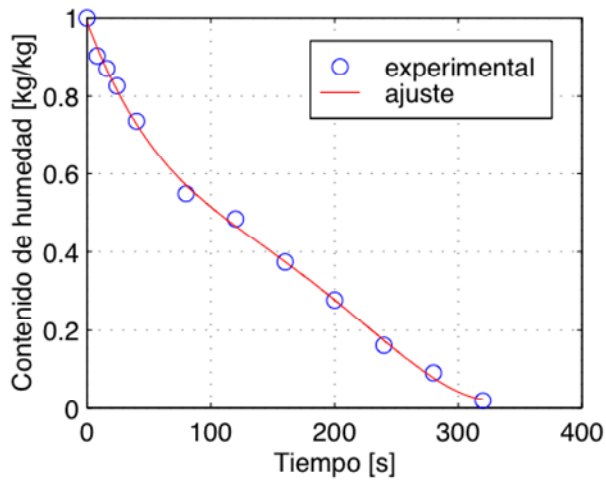


(a) Curva de secado

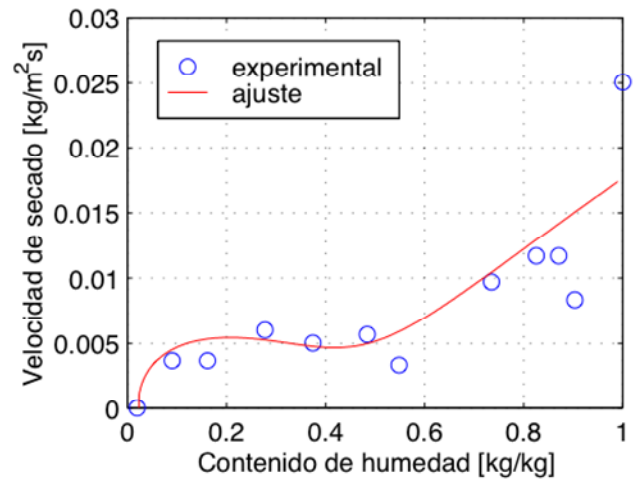


(b) Curva de velocidad de secado

Figura 5. 5 Curva de secado y curva de velocidad de secado a 60°C



(a) Curva de secado



(b) Curva de velocidad de secado

Figura 5. 6 Curva de secado y de velocidad de secado a 75°C

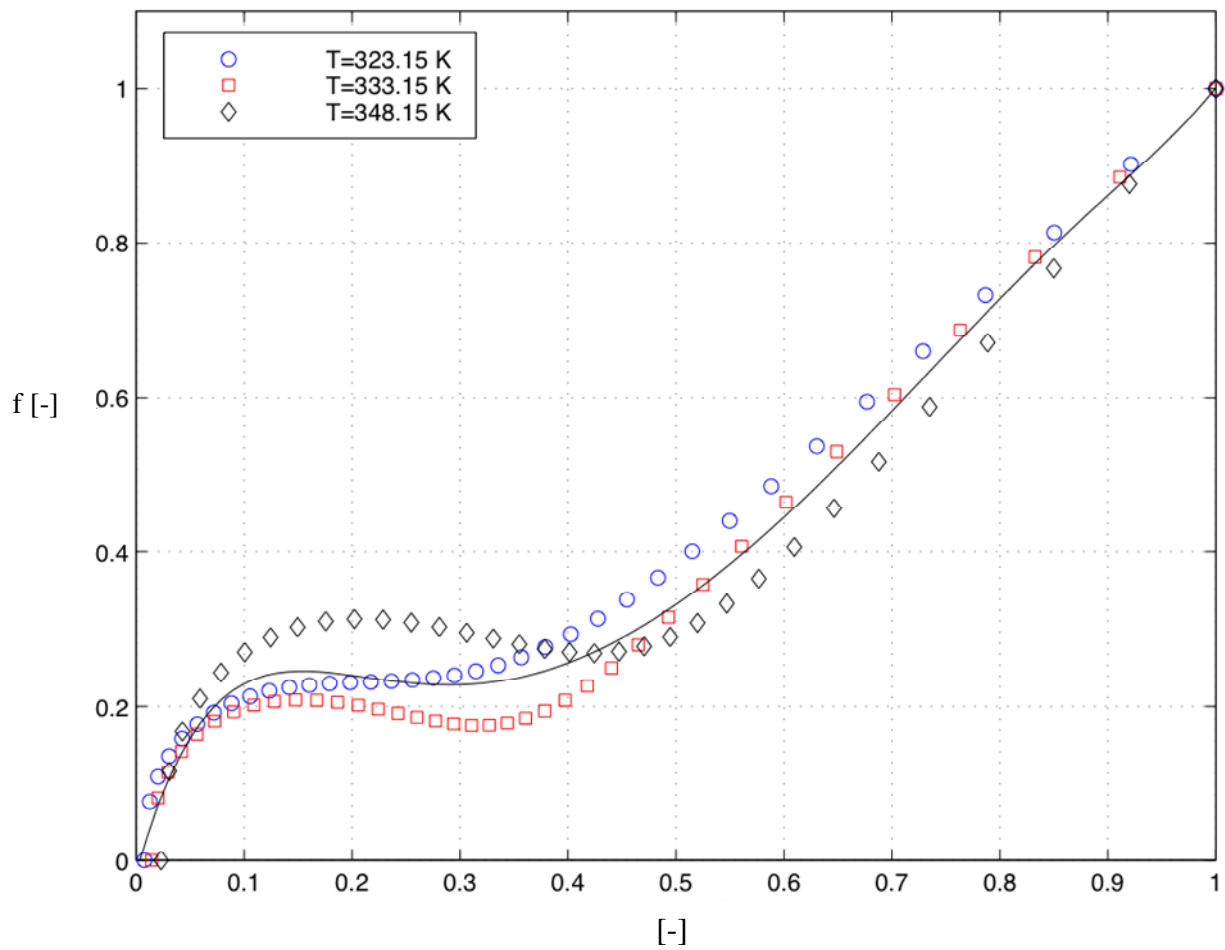


Figura 5. 7 Curva característica de secado

VI. CONCLUSIONES

Se ha llevado a cabo un estudio experimental y teórico de la lixiviación en una sola etapa, analizando el equilibrio y la cinética para obtener extracto de achiote y el secado convectivo analizando la cinética de la pasta de achiote, en el cual se ha logrado comprender varios aspectos importantes relacionados con el proceso de lixiviación de materiales biológicos, particularmente la semilla de achiote y con el proceso de secado de materiales no porosos como la pasta de achiote.

En el estudio del equilibrio de la lixiviación de extracto de achiote, se construyeron los diagramas de equilibrio a dos temperaturas 50°C y 75°C y relaciones másicas de soluto en el extracto de 0 a 0.029. El propósito fue determinar la cantidad de soluto que se puede remover del sólido insoluble y cuanto extracto o disolvente queda atrapado en dicho sólido. Independientemente de la relación másica de soluto en el extracto, al aumentar la temperatura se alcanzan mayores concentraciones de soluto en el extracto que la solución atrapada en el sólido insoluble. Lo cual se puede atribuir que a mayor temperatura el sólido retiene de manera preferente al disolvente.

El estudio de equilibrio puede ser utilizado para determinar el número de etapas de lixiviación y las composiciones de las corrientes de salida de cada etapa. Esta información puede ser utilizada si se desea escalar a nivel de planta piloto o industrial para obtener las características, dimensiones y condiciones de operación del equipo de lixiviación.

De los resultados de los experimentos de cinética de lixiviación se puede deducir que la velocidad de extracción aumenta con respecto a la temperatura. El proceso de lixiviación es lento, aunque el soluto se encuentre superficialmente pero dado sus características y poseer una cierta fuerza de extracción hacia el sólido insoluble. No fue posible alcanzar el equilibrio ideal a ninguna temperatura, independientemente al tiempo de trabajo siendo el mismo utilizado en los experimentos de equilibrio. No se observa físicamente en los extractos obtenidos diferencia en la apariencia o color a las diferentes temperaturas de trabajo.

Del estudio de la cinética de secado de la pasta de achiote se puede concluir que según los resultados de las curvas de secado el tiempo de secado no disminuye al aumentar la temperatura, atribuido al tipo de material dado que se forma una capa impermeable en la superficie que impide la transferencia de masa por ende las curvas de velocidad de secado no presentan periodos de velocidad constante ya que la humedad ligada es predominante a la superficial.

La curva característica de secado obtenida obedece a un ajuste polinomial de séptimo orden, es una herramienta confiable para los cálculos de balance de materia y energía o de diseño de secadores dedicados al proceso de secado de pastas, en este caso en particular de la pasta de achiote, siendo posiblemente un secador de tambor o un secador por aspersión el que se ajuste más al secado de este material.

VII. RECOMENDACIONES

De los resultados analizados y las consecuentes conclusiones, se presentan las siguientes recomendaciones, válidas para la aplicación en procesos productivos a escala industrial o planta piloto de la semilla de achiote y para otras etapas de investigación de los proceso de lixiviación y secado de este tipo de material.

Se propone la extracción en la lixiviación a la temperatura más alta (75°C), con el objetivo de obtener altas concentraciones de soluto en el extracto en el menor tiempo posible y tener el mayor aprovechamiento de la semilla.

Según los resultados experimentales en la cinética de lixiviación de la semilla de achiote en aproximadamente cuatro a cinco horas se extrae el 70% de soluto, por lo que resulta conveniente utilizar este rango de tiempo para extraer la mayor cantidad de soluto.

Se sugiere aumentar el número de etapas en una relación de solvente-semilla de achiote mayores a 7:1, debido a que en los experimentos de equilibrio se observó que al variar las concentraciones de extracto al inicio no se obtuvieron mayores rendimientos de soluto en el extracto al final a relaciones de solvente- semilla de achiote menores que estas, para el posible escalamiento en una lixiviación agitada del solido a contracorriente.

En base a los resultados obtenidos en el secado de la pasta de achiote se recomienda el secado a la temperatura más baja que fue de 50°C hasta alcanzar una humedad en un rango de 5% a 10% de contenido de humedad, para evitar posible degradación térmica del producto dado que no se vio una influencia apreciable en la velocidad al aumentar la temperatura por la naturaleza del material.

La curva característica se recomienda para la realización de cálculos de balance de masa y energía, así como también para los cálculos de diseño que conduzcan al continuo estudio del comportamiento de la pasta de achiote durante procesos de secado y el dimensionamiento de equipos de secado destinados a esta etapa de producción, donde se podrían sugerir el tipo de secador y las condiciones de operación para un posible escalamiento a nivel de planta piloto o industrial.

Con el propósito de eliminar dudas sobre la destrucción de los componentes activos de la pasta de achiote se sugiere un estudio donde se analice el efecto del tiempo y la temperatura a las que se trabajó sobre la composición de los componentes activos como son la bixina y norbixina en las diferentes etapas del producto tanto en su forma de extracto como en su forma final de pasta.

VIII.NOMENCLATURA

Letras latinas

A	Área	(m ²)
B	Factor de alimentación	(Kg/Kg)
C	Factor de retención	(Kg/Kg)
D	Masa de solvente	(Kg)
E	Masa de extracto	(Kg)
F	Masa de semillas frescas	(Kg)
f	Velocidad relativa	(m/s ²)
f _R	Fracción de soluto recuperado	(Kg)
m	masa	(Kg)
N	Flujo másico (evaporación/velocidad de secado)	(Kg/m ² s)
R	Masa de refinado	(Kg)
r	Factor de correlación	(-)
S	Masa soluto removido	(Kg)
T	Temperatura	(°C)
t	tiempo	(s)
V	Volumen	(L)
X	Relación másica de soluto o sólido insoluble en el ref.	(Kg/Kg)
x	Fracción en peso de soluto en el sólido seco usado en el equilibrio de lixiviación	(Kg/Kg)
x'	Fracción en peso de soluto en el sólido seco usado en la cinética de lixiviación	
X'	Concentración de soluto en el sólido seco	(Kg/m ³)
Y	Relación másica de soluto o sólido insoluble en el ext.	(Kg/Kg)
y	Fracción en peso de soluto en el extracto	(Kg/Kg)
Y'	Concentración de soluto en el extracto	(Kg/m ³)
z	Contenido de humedad	(Kg/Kg)

Letras griegas

	densidad	(g/cm ³)
ϕ	Contenido de humedad característico	(Kg/Kg)

Subíndice

cr	Crítico
d	disolvente puro
eq	equilibrio
ext	extracto
i	sólido insoluble
max	máxima
o	inicial
R	soluto recuperado
ref	refinado
s	soluto soluble
sec	sólido seco

so	solute soluble al inicio
sup	superficie
T	Total
v	evaporación
w	Agua añadida

IX. BIBLIOGRAFÍA

- ARTIEDA, D. S. R. 2010. *Estudio Investigativo del Achiote, cultivo, Producción, usos y aplicacion en la gastronomía*. Administrador Gastronómico, Universidad Tecnológica Equinoccial.
- CNTAF. 2003. Manual técnico. *El cultivo del Achiote, Bixa Orellana L.* El Savador.
- DEVIA, J. E. & SALDARRIAGA L. S., 2003. *Planta Piloto para obtener colorante de la semilla del Achiote (Bixa orellana)*. Revista Universidad EAFIT. Medellín, Colombia.
- ESPINOSA, R. 1987. *Influencia de los parámetros de secado sobre el contenido de pigmentos (Bixina y Norbixina) de un extracto de Achiote (Bixa Orellana L)*. Ingeniero Químico Industrial, Universidad Centramericana.
- ESPINOSA, R. 1993. *Determinación de la cinética de extracción de Aceite de la semilla de NIM empleando hexano como solvente, por método discontinuo*. Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería.
- FERNÁNDEZ, J. 2011. *Francisco de Orellana en la prensa siglo XVII*. Asociación cultural colaquios históricos de extremadura.
- FLORES, K. B. B., PLEITEZ, D. U. D. & GARCIA, C. E. P. 2005. *Estudio de Factibilidad Técnico Económico para la industrialización de la semilla de Achiote en el Salvador*. Ingeniero Industrial, Universidad de El Salvador.
- GEANKOPLIS, C. J. 2003. *Transport Processes and Separation Process Principles: Includes Unit Operations*, Prentice Hall Professional Technical Reference.
- GUZMÁN, F. J., CASTELLANOS, M. S. & SOSA, V. M. Q. 1992. *Estudio de Prefactibilidad y Diseño de una Planta Industrial para la extracción del colorante derivado de la Semilla del Achiote (Bixa Orellana Linn)*. Pregrado, Universidad Autónoma Metropolitana Iztapalapa.
- KEEY, R. B. 1991. *Drying of Loose And Particulate Materials*, ISBN 0-89116-878-8
- LOSANO, E. L. 2009. *Estudio teórico y experimental de la Cinética del secado de Ácido Acetilsalicílico*. Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería.
- MAGFOR. 1987. *Cultivo del Achiote*. F010294
- MARTÍNEZ, P. J. & RUS E. 2004. *Operaciones de Separación en Ingeniería Química. Métodos de Cálculo*. Prentice Hall Professional Technical Reference.

- McCABE, L., SMITH, J. & HARRIOTT, P. 1991. *Operaciones unitarias en Ingeniería Química*. Cuarta edición. MCGRAW-HILL INTERAMERICANA
- MENDIETA, R. & PICADO, A. 2002. *Diseño tecnológico de un sistema separador-secador para su utilización en la recuperación de cerveza residual y posterior secado de la levadura sobrante..* Ingeniero Químico. Universidad Nacional de Ingeniería. Managua, Nicaragua.
- NONHEBEL G., & MOSS A. A. H., 2002. *El secado de sólidos en la industria química*. REVERTESE. S. A.
- PEREZ, S., CUEN, M. , & BECERRA, R. 2003. *El Achiote*. Biodiversitas. 46: 7-11.
- RAMIREZ, W. V. 1996. *Lixiviación a contracorriente en un extractor por lotes, para obtener Aceite e Insecticida de Nim a escala de Planta Piloto*. Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería.
- REYES, L. J. N. 2012. *Manual para la Producción de Achiote (Bixa Orellana L.)*. Universidad Veracruzana.
- SHARMA, S.K., MULVANEY, S. J. & RIZVI, S. H., 2003. *Ingeniería de alimentos. Operaciones unitarias y prácticas de laboratorio*. LIMUSA WILEY.
- TREYBAL, R. E. A. & RODRÍGUEZ, A. G. 1988. *Operaciones de transferencia de masas*, MCGRAW-HILL INTERAMERICANA.
- ULLAURI, P. G. 2010. *Transporte de masa en extracción fase sólido-líquido*. Reciteia. Quito Ecuador: Revista ReCiTeIA.
- VALLECILLO, E. 2001. *Determinación de las curvas de equilibrio en la lixiviación del Aceite y del Insecticida de la semilla de Nim*. Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería.
- VELÁSQUEZ, I. V. 2010. *Estudio de la Cinética del Secado de semillas de Nim en un lecho empacado*. Ingeniero Químico, Universidad Nacional de Ingeniería.
- VELÁSQUEZ, P. L. 2007. *Extracción y purificación de colorantes a partir del achiote (annato)*. Ingeniero Químico, Universidad Michoacana de San Nicolas Hidalgo.

Apéndice A

Determinación de las relaciones másicas de soluto en el extracto usadas en los experimentos de equilibrio.

Se realizaron cálculos para obtener la relación másica de soluto en el extracto, $Y_{s, \text{Máximo}}$, más alta que se pueda obtener cuando se pone en contacto solido fresco con disolvente. Se determinó el factor de retención C (Ecuación 3.2), también conocida como relación másica de soluto retenida por el sólido insoluble. Si se añade la cantidad de disolvente necesaria para alcanzar dicho C , la concentración de soluto en la solución atrapada en el refinado se obtiene:

$$Y_{s, \text{maximo}} = \frac{x_0}{(1-x_0)C} \quad (\text{A.1})$$

En la tabla A.1 se presentan los valores de $Y_{s, \text{Máximo}}$ calculados a partir de los valores de fracción másica inicial de soluto en el sólido obtenidos en este estudio y el factor de retención descrito en la sección 3.3.2. En la práctica las relaciones másicas siempre serán menores pues se utiliza mayor cantidad de disolvente para la extracción.

Tabla A.1. Máximas relaciones másicas de soluto en el extracto.

Temperatura	x_0 (adim)	C (adim)	$Y_{s, \text{Máximo}}$ (adim)
Agua-Extracto de	0.3206	1.507	0.2601
Achiote-Semilla fresca			

Apéndice B

Tabla b.1 Datos del experimento de equilibrio de lixiviación a 50°C,

Ensayo 1

Datos iniciales

Muestra	F (g)	X _o	D (g)	Y _{so}
1	24.7798	0.3206	175.24	0.029400142
2	24.7739	0.3206	175.46	0.02205
3	24.7714	0.3206	176.16	0.014700071
4	24.7839	0.3206	178.15	0.007350036

Datos finales

Muestra	m _E	m _s	R (g)	R _{seco} (g)
1	141.6100	3.7546	57.8	20.59
2	142.7100	3.4886	57.07	20.32
3	143.0000	3.4203	59.17	20.25
4	141.9700	3.2418	60.3	20.08

Datos calculados

Muestra	Y _s	X _s	X _i	Y _s - Y _{so}
1	0.04	0.0917	0.4110	0.011
2	0.0343	0.0867	0.4183	0.01225
3	0.0349	0.0808	0.3975	0.0202
4	0.0216	0.0746	0.3875	0.014

**Tabla b.2 Datos del experimento de equilibrio de lixiviación a 50°C,
Ensayo 2
Datos iniciales**

Muestra	F (g)	X _o	D (g)	Y _{so}
1	24.7798	0.3206	175.54	0.029400142
2	24.7788	0.3206	177.6	0.02205
3	24.7735	0.3206	176.52	0.014700071
4	24.7707	0.3206	178.27	0.007350036

Datos finales

Muestra	m _E	m _s	R (g)	R _{seco} (g)
1	142.2100	4.0146	57.6100	20.8500
2	143.5100	3.1953	57.6500	20.0300
3	142.0900	2.9789	58.4310	19.8100
4	137.9100	2.9008	64.2100	19.7300

Datos calculados

Muestra	Y _s	X _s	X _i	Y _s - Y _{so}
1	0.0383	0.0985	0.4129	0.0089
2	0.0367	0.0783	0.4125	0.01465
3	0.0311	0.0716	0.4046	0.0164
4	0.0259	0.0612	0.3552	0.01855

Tabla b.3 Datos del experimento de equilibrio de lixiviación a 75°C,**Ensayo 1****Datos iniciales**

Muestra	F (g)	X _o	D (g)	Y _{so}
1	24.7742	0.3206	175.36	0.029400142
2	24.7758	0.3206	175.26	0.02205
3	24.7888	0.3206	174.54	0.014700071
4	24.7656	0.3206	184.91	0.007350036

Datos finales

Muestra	m _E	m _s	R (g)	R _{seco} (g)
1	138.4200	1.8584	60.2900	18.6900
2	137.2000	1.7073	61.6500	18.5400
3	137.2100	1.6085	61.2200	18.4500
4	147.2500	1.2743	61.4100	18.1000

Datos calculados

Muestra	Y _s	X _s	X _i	Y _s - Y _{so}
1	0.0509	0.0428	0.3873	0.0215
2	0.0455	0.0381	0.3756	0.02345
3	0.0378	0.0362	0.3795	0.0231
4	0.0293	0.0286	0.3774	0.02195

Tabla b.4 Datos del experimento de equilibrio de lixiviación a 75°C,

Ensayo 2

Datos iniciales

Muestra	F (g)	X _o	D (g)	Y _{so}
1	24.7610	0.3206	175.43	0.029400142
2	24.7662	0.3206	178.39	0.02205
3	24.7811	0.3206	176.99	0.014700071
4	24.7792	0.3206	182.02	0.007350036

Datos finales

Muestra	m _E	m _s	R (g)	R _{seco} (g)
1	138.0200	1.7474	61.1900	18.5700
2	134.5000	1.3238	67.6500	18.1500
3	139.6000	1.3537	62.0500	18.1900
4	143.7800	1.2250	61.7400	18.0600

Datos calculados

Muestra	Y _s	X _s	X _i	Y _s - Y _{so}
1	0.0510	0.0394	0.3792	0.0216
2	0.0484	0.0260	0.3311	0.02635
3	0.0398	0.0299	0.3724	0.0251
4	0.0319	0.0273	0.3749	0.0246

Apéndice C

Tabla C.1. Datos de cinética de lixiviación del sistema agua-extracto de achiote- semillas frescas, Temperatura 50°C

<i>Tiempo (Min)</i>	<i>m_E (g)</i>	<i>E (g/cm3)</i>	<i>m_S (g)</i>	<i>Y' g soluto/m_E extracto</i>	<i>X' g soluto/cm³ sólido</i>	<i>X'/X'₀ (adim)</i>
0	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.1450	1.0000
0.5	2.0462	0.9935	0.0018	0.0009	0.1385	0.9550
2	2.0874	1.0268	0.0042	0.0020	0.1306	0.9015
3	1.2061	1.0351	0.0030	0.0027	0.1259	0.8695
4	2.1189	1.0410	0.0050	0.0024	0.1279	0.8825
6	1.7851	1.1865	0.0053	0.0030	0.1240	0.8552
8	1.6638	1.0534	0.0052	0.0032	0.1225	0.8455
10	1.5499	1.1800	0.0049	0.0034	0.1212	0.8361
12	1.8938	1.2478	0.0063	0.0034	0.1213	0.8362
15	1.8356	1.0469	0.0069	0.0039	0.1173	0.8088
18	1.9982	1.0329	0.0070	0.0035	0.1202	0.8288
21	1.5836	1.0462	0.0065	0.0043	0.1142	0.7887
24	1.7960	1.0641	0.0074	0.0043	0.1144	0.7894
29	1.8973	0.9165	0.0083	0.0046	0.1127	0.7777
34	1.8696	1.0371	0.0086	0.0051	0.1093	0.7537
39	2.1527	1.0456	0.0105	0.0049	0.1102	0.7599
44	1.8104	1.0344	0.0087	0.0049	0.1106	0.7626
54	2.0420	1.0393	0.0107	0.0053	0.1074	0.7404
64	2.2982	1.0332	0.0130	0.0057	0.1048	0.7224
74	2.3642	1.0418	0.0139	0.0059	0.1033	0.7124
89	1.7220	1.0554	0.0105	0.0062	0.1014	0.6988
104	2.2060	1.0515	0.0146	0.0066	0.0988	0.6803
119	2.0476	0.9834	0.0154	0.0079	0.0886	0.6134
134	2.0216	1.0651	0.0140	0.0070	0.0958	0.6598
164	1.8151	1.0276	0.0134	0.0074	0.0928	0.6393
194	2.2435	1.0361	0.0190	0.0084	0.0855	0.5879
224	1.6241	1.0712	0.0144	0.0087	0.0833	0.5732
254	1.4184	1.0652	0.0127	0.0090	0.0815	0.5612
284	1.7636	1.0589	0.0168	0.0095	0.0780	0.5361
344	1.9796	1.0617	0.0196	0.0100	0.0744	0.5121
404	1.7446	1.0461	0.0184	0.0107	0.0698	0.4804

$$F(g) = 444.3047$$

$$D(g) = 3140.97$$

$$S(g) = 64.4114$$

$$Y'_{ideal} = 0.04237$$

$$X'_{ideal} = 0.0136$$

Tabla C.2. Datos de cinética de lixiviación del sistema agua-extracto de achiote- semillas frescas, Temperatura 75°C

<i>Tiempo (Min)</i>	<i>m_E (g)</i>	<i>E (g/cm³)</i>	<i>m_S (g)</i>	<i>Y' g soluto/m_E extracto</i>	<i>X' g soluto/cm³ solido</i>	<i>X'/X'₀ (adim)</i>
0	0.0000	0.0000	0.0000		0.1924	1.0000
0.5	1.5596	1.0619	0.0022	0.0014	0.1831	0.9544
2	1.8578	1.0226	0.0051	0.0028	0.1731	0.9072
3	1.7486	1.0455	0.0053	0.0030	0.1697	0.8989
4	2.0121	1.0327	0.0064	0.0032	0.1712	0.8924
6	1.7701	1.0558	0.0065	0.0037	0.1685	0.8748
8	1.7507	1.0166	0.0067	0.0038	0.1651	0.8715
10	1.6184	1.0860	0.0067	0.0041	0.1640	0.8621
12	1.8892	1.0333	0.0081	0.0043	0.1635	0.8562
15	1.5050	1.0538	0.0070	0.0046	0.1605	0.8449
18	1.8651	1.0540	0.0090	0.0048	0.1607	0.8391
21	1.2841	1.0546	0.0066	0.0051	0.1557	0.8285
24	1.4486	1.0693	0.0075	0.0051	0.1567	0.8273
29	1.5269	1.0384	0.0084	0.0055	0.1534	0.8142
34	1.9322	1.0191	0.0111	0.0057	0.1534	0.8081
39	1.6411	1.0801	0.0103	0.0062	0.1499	0.7917
44	1.6072	1.0701	0.0110	0.0068	0.1467	0.7703
54	1.8109	1.0455	0.0122	0.0067	0.1495	0.7786
64	1.3780	0.9386	0.0134	0.0099	0.1317	0.6658
74	1.4098	1.0796	0.0158	0.0113	0.1229	0.6202
89	1.7708	1.0420	0.0228	0.0129	0.1130	0.5645
104	1.7921	1.0598	0.0251	0.0143	0.1047	0.5173
119	1.8739	1.0410	0.0288	0.0154	0.0904	0.4785
134	1.8135	1.0667	0.0297	0.0164	0.0931	0.4456
164	1.7476	1.0603	0.0327	0.0186	0.0808	0.3750
194	1.5647	0.9330	0.0344	0.0228	0.0739	0.2343
224	1.5978	1.0658	0.0328	0.0206	0.0670	0.3036
254	1.6887	1.0851	0.0355	0.0214	0.0618	0.2757
284	1.6183	1.0864	0.0349	0.0220	0.0597	0.2564
344	1.9435	1.0247	0.0435	0.0225	0.0726	0.2951
404	1.6627	1.0734	0.0387	0.0233	0.0677	0.2711

$$F(g) = 444.308$$

$$D(g) = 3219.49$$

$$S(g) = 96.208$$

$$Y'_{ideal} = 0.04237$$

$$X'_{ideal} = 0.0136$$

APENDICE D

Fotografías de los equipos y procedimientos utilizados en el equilibrio y la cinética de la lixiviación y cinética de secado



Figura D-1. Sistema de extracción



Figura D-2. Calentamiento de
solvente



Figura D-3. Extractor



Figura D-4. Extractor



Figura D-5. Toma de muestra



Figura D-6. Toma de muestra

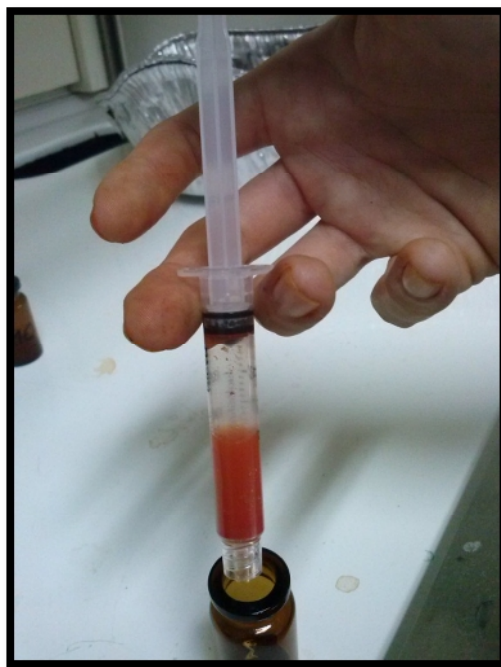


Figura D-7. Toma de muestra



Figura D-7. Registro de la masa de soluto



Figura D-8. Registro de la masa de extracto



Figura D-9. Evaporación de solvente



Figura D-10. Descarga de extracto



Figura D-11. Refinado húmedo



Figura D-12. Aspa de agitación con material adherido



Figura D-13. Registro de refinado seco



Figura D-14. Refinado seco



Figura D-15. Sistema para la obtención de datos de equilibrio



Figura D-16. Plancha de agitación múltiple



Figura D-17. Recipiente adecuado



Figura D-18. Bomba trasegadora



Figura D-20.
Intercambiador de calor



Figura D-21. Extractos a diferentes concentraciones



Figura D-22. Separación extracto de refinado



Figura D-23. Filtración

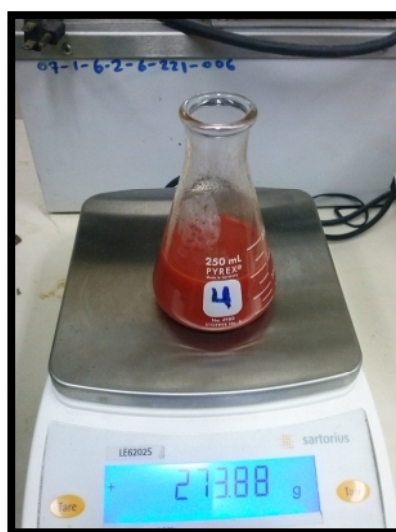


Figura D-24. Registro masa de extracto



Figura D-25. Registro masa de refinado



Figura D-26. Sistema de separación extracto- solvente



Figura D-27. Rotavapor



Figura D-28. Condensador



Figura D-29. Bomba de vacío



Figura D-30. Extracto concentrado



Figura D-31. Remanente de soluto adherido



Figura D-32. Extracto concentrado



Figura D-33. Pasta de achiote



Figura D-34. Portamuestra secador de túnel

Figura D-35. Torre de adsorción



Figura D-36. Secador de túnel



Figura D-37. Filmacion cambio del peso en el tiempo



Figura D-38. Muestra pasta seca

APENDICE E

Programa utilizado para graficar los diagramas de equilibrio de la lixiviación.

```

%% Datos a 50°C del equilibrio de la lixiviación de extracto de Achiote
%% para hacer los diagramas de equilibrio

```

```

clear all
A = [0.0400      0.0917      0.4110
     0.0343      0.0867      0.4183
     0.0070      0.0808      0.3975
     0.0216      0.0746      0.3874
     0.0383      0.0984      0.4128
     0.0366      0.0782      0.4124
     0.0311      0.0716      0.4045
     0.0288      0.0612      0.3551];

```

```

Ys = A(:,1) ; Xs = A(:,2) ; Xi = A(:,3) ;
Yi = zeros(size(Xi)) ;

```

```

%% Curva de equilibrio, gráfica inferior %%

```

```

maximo=[Ys; Xs];maximo=max(maximo);
coef1 = polyfit (Ys, Xs, 2) ;
Ysg = ( 0:0.01:maximo)' ;
Xsg = polyval (coef1, Ysg ) ;

```

```

figure(10)
subplot(2, 1, 2) ,
plot(Ys , Xs , 'ob')
axis ([0 maximo 0 maximo])
line ([0 max(maximo)], [0 max(maximo)] , 'color', 'k' , 'LineWidth',
0.25)
%set(gca, 'Units', 'centimeters', 'position', [2 4 6.5 6.5 ], ...
        '%fontname', 'times') %% nuevos settings para GCA
xlabel('Ys', 'fontname', 'times'),
ylabel('Xs', 'fontname', 'times')
axis square
hold on

```

```

%% Diagrama de solubilidad, gráfica superior%%

```

```

coef2 = polyfit ( Xs, Xi , 2 ) ;
Xse = linspace(min(Xs),max(Xs),8);
Xie = polyval(coef2, Xse) ;

```

```

figure(10)
subplot(2, 1, 1),
plot( Xse, Xie, '--g', Xs, Xi, 'ob', Ys, Yi, 'sb')
ejex=[Xs;Ys];
axis([min(ejex)-0.005 max(ejex)+0.005 0 max(Xi)+0.05])
axis square
%set(gca, 'Units', 'centimeters', 'Position', [2 12 6.5 6.5 ], ...
        '%fontname', 'times') %% nuevos settings para GCA
xlabel('Xs, Ys', 'fontname', 'times'), ylabel('Xi, Yi', 'fontname',
'times')
hold on

```

```

%% Datos para la línea de Unión%%

```

```

Ysa = linspace(min(Ys),max(Ys),5) ;

```

```
Xsa = polyval (coef1, Ysa) ;  
Xia = polyval (coef2, Xsa) ;  
  
Xsa=sort(Xsa);  
Xia=sort(Xia);  
  
figure(10)  
for i=1:4  
    line ( [ Ysa(i) Xsa(i) ] , [ Yi(i) Xia(i) ], 'Color', 'r',  
    'LineWidth', 0.25 )  
end  
hold off  
%%end of line%%
```

APENDICE F

**Programa utilizado para graficar la curva característica de
secado.**

```

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%   EXPERIMENTOS PASTA DE ACHIOTE 1,2,3 v = 0.92 m/s      T = 323.15 K,
333.15 K, 348.15 K
%
%   Gráfica de la curva característica de secado a partir de la curva de
velocidad de secado
%   Generación de la curva de velocidad de secado a partir de los datos
de la curva de secado
%
01/07/2014
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
%Ojo!!!!  Cambiar número en asa#

%syswim
load fachio1;          %%%%
rasa = fachio1;
xm1 = rasa(:,1); Nm1 = rasa(:,2); fi1 = rasa(:,3)/rasa(1,3); f1 =
rasa(:,4);
load fachio2;
rasa = fachio2; %%%%
xm2 = rasa(:,1); Nm2 = rasa(:,2); fi2 = rasa(:,3)/rasa(1,3); f2 =
rasa(:,4);
load fachio3;
rasa = fachio3; %%%%
xm3 = rasa(:,1); Nm3 = rasa(:,2); fi3 = rasa(:,3)/rasa(1,3); f3 =
rasa(:,4);

%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%  Función f  %%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%
s = 7;
dat = [fi1 f1; fi2 f2; fi3 f3]; %dat = sort(W);
pp = polyfit(dat(:,1), dat(:,2),s)
Xx = 0:0.01:1;
Yy = 0;
for ss = 1:1:s+1
    rr = ss -1;
    Yy = Yy + pp(ss)*Xx.^(s-rr);
end
CDC147 = [Xx' Yy'];
save CDC147
%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%%

figure(1)
%subplot(221)
%plot(xm1, Nm1, 'bo', xm2, Nm2, 'rs', xm3, Nm3, 'kd');

%legend('T=323.15 K', 'T=333.15 K', 'T=348.15 K', 2);
xlabel('Contenido de humedad [kg/kg]')
ylabel('Velocidad de secado [kg/m^2s]')
%grid
%axis([0 1 0 6e-4]);

%subplot(222)
plot(fi1, f1, 'bo', fi2, f2, 'rs', fi3, f3, 'kd', Xx, Yy, 'k-');

legend('T=323.15 K', 'T=333.15 K', 'T=348.15 K', 2);
xlabel('\phi = x/x_c [-]')

```

```
ylabel('f = N_v/N_w [-]')  
grid  
axis([0 1 0 1.1]);
```